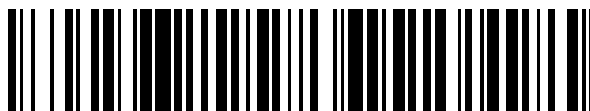


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 727 720**

51 Int. Cl.:

B29C 44/12	(2006.01)	B29K 105/12	(2006.01)
D06N 7/00	(2006.01)		
B29C 44/32	(2006.01)		
B32B 5/18	(2006.01)		
D06N 3/00	(2006.01)		
B29C 44/56	(2006.01)		
D06N 3/14	(2006.01)		
B29K 105/08	(2006.01)		
B29K 75/00	(2006.01)		
B29L 31/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.05.2011 PCT/US2011/037089**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.12.2011 WO11159424**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.05.2011 E 11725233 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019 EP 2582506**

54 Título: **Método para la fabricación de productos de recubrimiento de suelo de espuma de poliuretano con fibras de alfombra posteriores al consumo**

30 Prioridad:

15.06.2010 US 354863 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

18.10.2019

73 Titular/es:

**DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US**

72 Inventor/es:

**JENKINES, RANDALL y
PERRY, THOMAS**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 727 720 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para la fabricación de productos de recubrimiento de suelo de espuma de poliuretano con fibras de alfombra posteriores al consumo

5 La presente invención se refiere a métodos para fabricar productos de revestimiento de espuma de poliuretano y a productos de revestimiento de poliuretano.

10 Los productos de alfombras usados y desechados presentan un problema de eliminación significativa, debido al volumen de estos productos que se eliminan de los edificios de oficinas, entornos institucionales y residencias cada año. Estos productos descartados se envían principalmente a vertederos donde ocupan grandes cantidades de capacidad del vertedero. Las fibras que comprenden gran parte del peso de la alfombra rara vez son biodegradables, por lo que se espera que la alfombra desechada permanezca más o menos intacta en el vertedero durante siglos.

Por lo tanto, existe un estímulo para reciclar algunos o todos los valores de fibra que permanecen en productos de alfombras desechados. Con este fin, se han desarrollado varios enfoques para triturar mecánicamente productos de alfombras desechados y recuperar algunos o todos los valores de fibra que contienen. Un ejemplo de tal enfoque se describe en el documento U. S. Patent No. 5,897,066.

15 Una vez que se recuperan los valores de la fibra, queda el problema de qué hacer con ellos. Las fibras recuperadas no son adecuadas para producir nuevos revestimientos de alfombras, por varias razones. Las fibras recuperadas tienden a estar muy dañadas debido al desgaste y al proceso de recuperación en sí. A menudo están contaminados con otros componentes de los productos de la alfombra, tales como pequeñas partículas de un aglutinante de látex, partículas de relleno inorgánico y similares, los cuales son difíciles de separar completamente de las fibras. Además, las fibras a menudo se han descolorido y, a menudo, se tiñen o contienen otros contaminantes absorbidos.

Por lo tanto, se necesitan usos alternativos para estas fibras recuperadas.

25 Un uso potencial de estas fibras es el cojín de la base. El contrapiso se instala ampliamente debajo de los materiales de la alfombra para proporcionar amortiguación. Debido a que la capa inferior está oculta debajo de la alfombra que la cubre, su apariencia generalmente no es importante. Los consumidores se resisten a pagar cantidades significativas por un material que no pueden ver, por lo que el bajo costo es una preocupación principal. Por lo tanto, la capa inferior a menudo está hecha de materiales de partida de bajo costo, que incluyen piezas de espuma de desecho que se forman y se unen entre sí en un material de "rebote". Las aplicaciones de la capa inferior son, por lo tanto, una aplicación potencial para las fibras que se recuperan de productos de alfombras posterior al consumo.

30 La solicitud de patente publicada US 2008/0075915, por ejemplo, describe una capa inferior de la alfombra que hace uso de las fibras de la alfombra posterior al consumo. Las fibras se mezclan con piezas de espuma y un aglutinante térmico, se conforman en un bloque y se calientan para fundir el aglutinante y así adherir los distintos componentes entre sí. Los aglutinantes preferidos en 2008/0075915 son fibras de dos componentes de cubierta/núcleo.

35 Otros productos de la capa inferior de las alfombras que contienen fibra se han formado impregnando fibras con varios tipos de aglutinantes. El documento USP 4,014,826, por ejemplo, describe un proceso similar al del documento 2008/0075915, en el cual se utiliza un tipo especial de fibras (que no son fibras posteriores al consumo). Se usa un látex no espumoso o uretano como aglutinante en el documento US 4,014,826. En los documentos GB 599682, GB 1,145,932, USP 3480456 y la solicitud de patente publicada US 2006-0144012, los bloques de fibra con agujas están impregnados con diversos materiales termoestables y/o aglutinantes termoplásticos. En el documento USP 3,952,126, una mezcla de fibras de grano y grapas de poliuretano se agita para formar un bloque. En el documento USP 4,683,246, los filamentos de fibra y los granos de espuma se mezclan con un prepolímero de poliuretano y se curan al vapor en forma de bollo. El documento USP 6,596,387 y la solicitud de patente publicada de EE.UU. 2005-0126681 describen la formación de productos de almohadilla mediante la formación de una bicapa de espuma de poliuretano o látex y bloques de fibra.

45 Los documentos USP 4,269,889 y USP 4,296,054 describe espumas de poliuretano moldeadas que están reforzadas con fibras de polímero para producir productos de espuma moldeada para aplicaciones tales como asientos de automóviles. Una formulación de espuma de poliuretano se introduce en un molde, seguida de una masa de fibras enredadas de un tipo especial. El poliuretano se cura parcialmente en el molde, y luego se desmoldea y se cura posteriormente. Este proceso de moldeo puede producir materiales compuestos de espuma de poliuretano y fibras, pero no es aplicable para fabricar productos de gran superficie, tales como la capa inferior de alfombras, ya que los moldes de las dimensiones requeridas no están disponibles a un costo razonable, y los tiempos de curado son demasiado largos para ser factibles en un proceso de fabricación de pavimentos. Además, es necesario un tipo especial de fibras en el proceso descrito en el documento USP 4,269,889 y USP 4,296,054.

El documento USP 3,860,371 describe la formación de productos laminados mediante saturación de bloques de fibra con espuma de poliuretano.

55 Hasta la fecha, ninguno de los procesos anteriores ha resultado ser satisfactorio. Los productos para amortiguar el suelo no solo se deben fabricar a bajo costo, sino que también deben cumplir con ciertos criterios de rendimiento.

Entre los criterios de rendimiento se encuentran una resistencia al rasgado aceptable, a la deformación permanente, un adecuado soporte de carga y la capacidad de retener su rendimiento de amortiguación durante el tráfico de pie.

Esta invención es un proceso para preparar un producto de revestimiento de suelo de poliuretano espumado, de acuerdo con la reivindicación 1.

5 Este proceso ofrece varias ventajas. Las fibras posteriores al consumo, tales como las obtenidas de alfombras desechadas, son totalmente adecuadas para su uso en el proceso. La espuma de poliuretano y las fibras se distribuyen de manera íntima y muy uniforme en el proceso, lo que lleva a un producto que tiene propiedades altamente uniformes y consistentes. El producto se puede fabricar a bajo costo; en particular, la formulación de espuma a menudo cura completamente en cinco minutos o menos para producir una espuma que muestra un juego de rodillos mínimo (como se describe más detalladamente a continuación). El curado rápido hace que el proceso sea económicamente factible para operar a escala industrial, donde se deben hacer grandes volúmenes de producto de manera continua y a velocidades de línea comercialmente razonables. El curado rápido también hace que el proceso sea factible para hacer productos de difusión que tengan anchos de 182,9 cm (6 pies) o más. Además, a menudo se forma una piel densa de poliuretano en una o ambas superficies del producto. Esta piel puede hacer que sea innecesario adherir una capa de película separada a las superficies del producto, como se hace a menudo con los productos de recubrimiento de la técnica anterior para evitar que absorban fluidos, o por otras razones. El proceso también es versátil y se adapta a la fabricación de una variedad de productos de amortiguación, que incluyen una capa inferior tradicional y productos para alfombras de amortiguación.

20 El proceso de la invención comienza con la formación de una capa de banda que contiene fibras. Las fibras se pueden formar en una capa de banda usando cualquier proceso conveniente, tales como diversos métodos de soplado y colocación, o mediante cardado. El "cardado" se usa aquí en su contexto habitual para significar que las fibras han pasado por un proceso que las desenreda y organiza las fibras individuales para que se vuelvan aproximadamente paralelas entre sí. El resultado es un material "pastoso" liviano de naturaleza similar a las bolas de algodón, aunque normalmente tiene un peso por unidad de volumen aún menor. Las fibras en sí mismas son fibras cortas que tienen una longitud promedio de peso de 0,75 cm a 40 cm (0,3 pulgadas a 15 pulgadas), preferiblemente de 1,9 cm a 25 cm (0,75 pulgadas a 10 pulgadas). Se prefiere que al menos el 80 por ciento en peso, más preferiblemente al menos el 90 por ciento en peso de las fibras tengan longitudes entre 1,9 cm y 25 cm (0,75 pulgadas) a 10 pulgadas).

30 Las fibras se forman en una capa de banda, tal que el peso de la capa por unidad de área es de 150 a 600 g/m². La altura de la capa de banda dependerá por supuesto de la densidad de la capa de banda, que a su vez depende principalmente de la forma en que las fibras individuales se agrupan. En general, el espesor de la capa de banda generalmente es aproximadamente igual o ligeramente mayor que el espesor del producto final, o tiene un espesor de aproximadamente 0,64 cm a 2,54 cm (0,25 a 1,0 pulgada), aunque el espesor puede variar algo y puede variar algo a través de la capa.

35 La capa de banda se puede formar depositando las fibras sobre una superficie adecuada de anchura suficiente. Las fibras se pueden depositar de manera continua, inmediatamente antes de que la formulación de espuma de poliuretano se aplique a la capa, en efecto integrando la etapa de formar la capa de banda en una sola operación con las etapas restantes del proceso general. Alternativamente, la capa de banda se puede hacer en un paso preliminar, con la capa de banda formada anteriormente en ese caso que se almacena hasta que sea necesario.

40 La capa de banda puede ser punzonada, termofijada o tratada de otra manera para enredar las fibras y así aumentar su integridad mecánica. Del mismo modo, varios tipos de aglutinantes se pueden aplicar a la capa de banda por el mismo motivo. Los tipos adecuados de aglutinantes incluyen diversos tipos de fibras aglutinantes, así como también aglutinantes líquidos, termoplásticos y/o termoestables. Sin embargo, una ventaja de esta invención es que los tratamientos tales como el enredo y/o la aplicación de un aglutinante no son necesarios para producir un producto de buena calidad, y esas etapas pueden ser y preferiblemente son omitidos del proceso.

45 Las fibras utilizadas para hacer la capa de banda pueden ser de cualquier tipo que puedan soportar las temperaturas encontradas en la etapa de curado. Las fibras poliméricas tales como nailon u otra poliamida, polipropileno, polietileno, poliéster y similares son todas útiles, al igual que las fibras naturales tales como fibras de algodón, cáñamo o lana. También se pueden utilizar fibras de carbono. También se pueden usar fibras de desecho de procesos industriales, que incluyen, por ejemplo, recortes de orillo, desperdicios de hilados y similares. Sin embargo, es altamente preferido, principalmente por razones de costo y ecología, usar fibras que se obtienen de productos de alfombras posterior al consumo. Estas fibras consisten preferiblemente en o son principalmente fibras obtenidas de un bucle cortado o de bucle continuo de una alfombra de pelo. Estas fibras de pelo pueden estar contaminadas con partículas de un material aglutinante, que en la alfombra original sirve para adherir las fibras a un material de respaldo o malla, así como partículas de materiales inorgánicos como la arcilla, que a menudo se usa como relleno en composiciones aglutinantes que se utilizan para construir alfombras de pelo. Las fibras también pueden contener partes de un material de respaldo o malla de la alfombra original. El denier de filamento (unidad de medida) es adecuadamente de 5 a 50, y más preferiblemente de 10 a 25.

La capa de banda también puede contener otros materiales, además de las fibras. Dichos materiales son preferiblemente blandos y flexibles, para no interferir con las propiedades de amortiguación del producto, y

preferiblemente tienen bajas densidades. Los otros materiales, si están presentes, deben estar en forma de partículas que tengan una dimensión mayor que no sea mayor que aproximadamente 2,54 cm (1 pulgada) y preferiblemente no mayor que 1.25 cm (0,5 pulgada). Las espumas poliméricas son materiales adicionales útiles, si se muelen o se forman de otra manera en trozos pequeños. Los cauchos naturales o sintéticos espumados son los tipos preferidos, incluyendo las espumas de poliuretano. Estas espumas poliméricas pueden ser materiales vírgenes, pero es preferible, por razones de costo y ecología, utilizar material de desecho o materiales posteriores al consumo. Si estos materiales adicionales están presentes en la capa de la banda, las fibras deben constituir al menos el 30% y preferiblemente al menos el 50% del peso de la capa de la banda.

Se aplica una formulación de espuma de poliuretano a la capa de banda, y la capa de banda húmeda se comprime después para humedecer mecánicamente las fibras con la formulación de espuma de poliuretano. La manera de hacer esto no se considera crítica para la invención, siempre que la formulación de espuma de poliuretano se distribuya bien dentro de la capa de banda. Una forma conveniente de llevar a cabo estas etapas industrialmente es colocar la capa de banda en una plataforma móvil, tal como una cinta transportadora, un bastidor o un aparato similar que permite la capa de banda moverse a lo largo con relación punto de aplicación de la espuma de poliuretano. Se puede utilizar un cabezal dispensador de desplazamiento, que se desplaza hacia adelante y hacia atrás a través del ancho de la capa de banda de fibra, para distribuir la formulación de espuma de poliuretano sobre la capa de banda. La capa se comprime fácilmente mecánicamente pasando por debajo de un rodillo, entre rodillos o debajo de una cuchilla. La capa de banda se comprime de 5% a 35% de su espesor original, para forzar que las fibras individuales entren en contacto con la formulación de espuma de poliuretano. A menudo es útil aplicar una capa de película protectora en la parte superior de la capa de banda húmeda antes de comprimirla, o mientras se comprime, de forma que el dispositivo utilizado para comprimir la película no se contamine con la formulación de espuma de poliuretano. De manera similar, se puede interponer otra capa de película protectora entre la capa de banda y la plataforma móvil.

En esta etapa se pueden aplicar de aproximadamente 1 a aproximadamente 19 partes, preferiblemente de 1 a 9 partes, y aún más preferiblemente de 2 a 5 partes en peso de la formulación de espuma de poliuretano, por parte en peso de la capa de banda.

La formulación de espuma de poliuretano contiene al menos un poliisocianato, agua y al menos un poliol que tiene un peso equivalente de al menos 500, y también puede contener otros componentes, como se describe más detalladamente a continuación. Las formulaciones de espuma de poliuretano de este tipo son altamente reactivas. Por lo tanto, la formulación de espuma de poliuretano a lo sumo está formulada antes de tiempo, con el poliisocianato manteniéndose separado del agua, del poliol y otros compuestos reactivos con isocianato hasta inmediatamente antes de ser dispensados. Una vez que el poliisocianato se mezcla con el agua y el poliol, las reacciones de gelificación y soplado que forman la espuma comienzan a ocurrir en unos pocos segundos. Las etapas de aplicar la formulación de espuma de poliuretano a la capa de banda de fibra y comprimir mecánicamente la capa de fibra de banda de fibra húmeda se deben realizar antes de que las reacciones de soplado y gelificación se desarrollen de manera significativa. En la mayoría de los casos, estas etapas se deben realizar dentro de los 15 segundos posteriores al momento en que el poliisocianato se pone en contacto con el agua y el poliol en la formulación de espuma de poliuretano. Es más preferido realizar estos pasos con 10 segundos o dentro de 7 segundos de ese tiempo.

Los componentes de la formulación de espuma de poliuretano se enfrían antes de mezclarlos juntos y se aplica la formulación de espuma a la capa de banda. Cada uno de los componentes tiene preferiblemente una temperatura inferior a 15 °C, más preferiblemente 10 °C o menos, en el momento en que se mezclan. Cualquier temperatura inferior es adecuada, siempre que los componentes permanezcan líquidos y no sean demasiado viscosos para procesarlos fácilmente. Por lo general no es necesario enfriar los componentes por debajo de 0 °C. Este enfriamiento ralentiza el progreso inicial de las reacciones de soplado y gelificación, y por tanto extiende la ventana del proceso para llevar a cabo la aplicación y las etapas de humectación. Una vez que los componentes se mezclan y la formulación de espuma comienza a reaccionar, tiene lugar una reacción exotérmica que aumentará la temperatura de la formulación. La temperatura de la formulación de espuma no debe ser más de 15 °C y aún más preferiblemente no más de 12 °C cuando entra en contacto por primera vez con la capa de banda.

La capa de banda húmeda se calibra a un espesor de 0,64 cm a 2,54 cm (0,25 a 1,0 pulgadas). El espesor preciso dependerá del producto en particular que se esté fabricando, así como de la densidad del producto deseado. La calibración se realiza convenientemente pasando la capa de banda húmeda bajo un rodillo o cuchilla, o entre un par de rodillos de presión, o, más preferiblemente, en un laminador de doble banda que se preestablece en el espesor deseado.

Una vez calibrada, la capa de banda húmeda se calienta a una temperatura de 80 a 160 °C para curar la formulación de espuma de poliuretano para producir una almohadilla de espuma de poliuretano curada y calibrada que contiene de 5 a 50% en peso de la banda de fibra cardada. El calibre se mantiene durante todo el proceso de curado, al menos hasta que la formulación de espuma se haya curado lo suficiente como para que el cojín pueda mantener su calibre sin presión aplicada y muestre un conjunto de rodillos inmediato, medido como se describe a continuación, de menos del 10%. Al "mantener" un calibre, se entiende que la capa de banda húmeda se mantiene bajo presión mecánica de manera que su espesor se mantiene en el valor deseado. Esto se puede hacer, por ejemplo, manteniendo la capa de banda húmeda entre dos placas calientes durante el tiempo requerido o, más preferiblemente, pasándola a través de

un laminador de doble banda o un dispositivo similar que permita la producción continua. Un laminador de doble banda puede tener placas calientes que proporcionan la temperatura de curado necesaria, o se puede instalar en un horno u otro dispositivo de calentamiento.

- 5 Una temperatura de curado preferida es de 100 a 130 °C. Puede ser deseable elevar la temperatura hacia arriba durante un período de tiempo para equilibrar las reacciones de soplado y gelificación de manera que se mantenga una buena estructura celular de espuma.

10 El tiempo de curado debe ser tan corto como práctico, ya que los tiempos de curado más cortos se traducen en tasas de operación más rápidas y menores costos de producción. En general se prefiere seleccionar los componentes de la formulación de espuma de poliuretano y la temperatura de curado juntos de manera que la formulación de espuma de poliuretano se cure, hasta el punto en que el cojín del producto pueda mantener su calibre sin presión adicional aplicada y muestre un conjunto de rodillos inmediato inferior a 10% (medido como se describe a continuación), dentro de diez minutos y preferiblemente dentro de cinco minutos o menos desde el momento en que la formulación de espuma de poliuretano se pone en contacto por primera vez con la capa de banda. En el proceso preferido, en el que la capa de banda húmeda se cura pasándola continuamente a través del aparato de calibración y calentamiento, la velocidad de la línea y la longitud de la zona de calentamiento se seleccionarán conjuntamente entre sí para proporcionar el tiempo suficiente para afectar la cura.

Si se desea, se puede imprimir un patrón decorativo o funcional en el cojín durante la etapa de curado.

20 Después el producto curado está listo para ser acumulado, o se puede llevar a otras operaciones posteriores. Son posibles varias operaciones posteriores, dependiendo del tipo particular de producto de amortiguación que se fabrica. Por ejemplo, las películas de liberación que se pueden usar en el proceso de fabricación se pueden eliminar para su eliminación o reutilización. Una o más capas adicionales se pueden fijar al cojín, utilizando métodos como la laminación por llama, o pegado, o mediante algún método mecánico. Estas capas adicionales pueden ser, por ejemplo, una capa de refuerzo; una capa de liberación, que permite que el cojín se pueda eliminar fácilmente del suelo en una instalación de encolado; una capa de alfombra de pelos, una capa de hierba sintética u otro tipo de superficie de exhibición; una capa de barrera contra la humedad, una capa adhesiva y similares. Estas capas adicionales también se pueden incorporar simultáneamente con la producción del cojín de espuma, colocando la capa de banda sobre la capa adicional, y realizando las etapas subsiguientes del proceso de humedecer, calibrar y dispensar sobre esa capa adicional. Alternativamente o además, se puede formar la capa de banda de fibra húmeda, y se puede colocar una capa adicional sobre la capa de banda de fibra húmeda, antes o después de la etapa de equilibrado, pero antes de que la formulación de espuma de poliuretano se haya curado. Se observa que, debido a que generalmente se forma una buena película integral en el producto, generalmente no es necesario aplicar una barrera contra la humedad u otro material de la película y debido a que las fibras incrustadas proporcionan una buena resistencia al desgarramiento, las capas de refuerzo a menudo se pueden omitir en el producto.

35 Otras posibles operaciones posteriores incluyen el recortar, cortar a medida, cortar en formas deseadas (tales como fabricar productos para baldosas de suelo), aplicar diversos tratamientos tópicos y similares.

Exclusivo de estas capas adicionales opcionales, el cojín del producto generalmente tiene una densidad aparente de aproximadamente 40-240 kg/m³ (2,5 a 15 libras/pie cúbico), preferiblemente de 48-160 kg/m³ (3 a 10 libras/pie cúbico) y más preferiblemente de 64-128 kg/m³ (4 a 8 libras/pie cúbico). El contenido en fibra puede variar de 5 a 50% en peso, más preferiblemente de 10 a 50% en peso y aún más preferiblemente de 16 a 33% en peso.

40 Los productos de amortiguación fabricados de acuerdo con la invención y que tienen densidades aparentes y contenidos en fibra como se acaba de mencionar, a menudo tienen otras propiedades deseables que los hacen adecuados para una variedad de aplicaciones de revestimiento de suelos. A menudo tienen conjuntos de un 50% de de compresión de menos del 15%, medidos a 70 °C de acuerdo con el método descrito a continuación. A menudo muestran una deflexión de carga de identificación (de sus siglas en inglés, ILD) del 25% de al menos 14 kPa, preferiblemente al menos 20 kPa, hasta 41 pKa, medido de acuerdo con el método descrito a continuación. A menudo retienen más del 30% y, más típicamente, más del 50% de su valor ILD del 25% cuando se someten al ensayo de tránsito peatonal simulado que se describe a continuación.

50 La mezcla formada por poliuretano incluye al menos un poliisocianato orgánico, que puede ser un isocianato aromático, cicloalifático o alifático. Se prefieren los poliisocianatos aromáticos y, entre estos, el diisocianato de difenilmetano (MDI) y/o un polifenilisocianato de polimetileno (PMDI) se prefieren sobre la base de una mayor reactividad, disponibilidad y costo en general. MDI puede ser el 2,4'- isómero, el 4,4'-isómero o alguna mezcla de los mismos. PMDI es generalmente una mezcla de uno o polifenilisocianatos de polimetileno y algo de MDI; la porción MDI de la mezcla puede ser uno o ambos 2,4- y 4,4'-isómeros. Los prepolímeros se pueden formar a partir de cualquiera de los poliisocianatos anteriores haciendo reaccionar un exceso del poliisocianato con un polioli, aminoalcohol o poliamina. Un tipo preferido de prepolímero se describe en el documento EP 485,953B. El poliisocianato se usa generalmente en una cantidad suficiente para proporcionar un índice de isocianato de aproximadamente 0,85 a 1,5, preferiblemente de 0,9 a 1,25.

La formulación de espuma de poliuretano también incluye al menos un poliol que tiene un peso equivalente (por grupo hidroxilo) de al menos 500. Pueden estar presentes dos o más de tales polioles. El peso equivalente de este poliol es preferiblemente de aproximadamente 750 a 3.000, y más preferiblemente de 1.000 a 2.000. El poliol debería tener un promedio de aproximadamente 1,8 a 4, preferiblemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 3, grupos hidroxilo por molécula. El poliol puede tener grupos hidroxilo secundarios o grupos hidroxilo primarios, o alguna combinación de los mismos; sin embargo, se prefiere que al menos el 50% de los grupos hidroxilo, y más preferiblemente al menos el 80% de los grupos hidroxilo, sean grupos hidroxilo primarios, ya que estos son más reactivos hacia los grupos isocianato y, por lo tanto, permiten que la formulación se cure más rápidamente. Estos polioles pueden ser polioles de poliéster, polioles de poliéter, polioles que se preparan a partir de aceites vegetales y/o ácidos grasos, u otros tipos. Se prefieren polioles de poliéter, especialmente polímeros de óxido de propileno que contienen de 5 a 25% en peso de bloques terminales de poli(óxido de etileno).

Un tipo de poliol especialmente preferido es un poliol iniciado con amina que contiene principalmente grupos hidroxilo primarios, tales como los descritos en el documento USP. 6,762,274.

La formulación de espuma de poliuretano también incluye agua, que reacciona con el poliisocianato para generar simultáneamente un gas de soplado (dióxido de carbono) y aumentar el peso molecular debido a la formación de enlaces de urea. El agua está generalmente presente en una cantidad de aproximadamente 2 a aproximadamente 7 partes en peso por 100 partes en peso del poliol(es) que tienen un peso equivalente de 500 o más. Una cantidad preferida es de 3 a 6 partes, sobre la misma base.

La formulación de espuma de poliuretano puede contener varios otros componentes, además del mencionado poliisocianato, poliol y agua.

Un catalizador está presente preferiblemente. Una amplia variedad de catalizadores de amina y organoestaño son adecuados, incluyendo di-n-butil estaño bis(éster isoocílico del ácido mercaptoacético), dilaurato de dimetilestaño, dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, sulfato de dibutilestaño, octoato estanooso, octoato de plomo, acetilacetato de níquel, cetilacetato férrico, carboxilatos de bismuto, trietilendiamina, N-metil morfolina, compuestos similares y mezclas de los mismos. Un catalizador de estaño (IV) bloqueado con amina, como los descritos en los documentos de patente de EE.UU. No. 5,491,174, puede ser usado. Generalmente, no es deseable utilizar un catalizador de acción retardada, en vista de la necesidad de un curado rápido una vez que se haya completado la etapa de humectación. Si se emplea un catalizador organometálico, generalmente está presente en una cantidad de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,5 partes por 100 partes de la formulación de espuma de poliuretano, en peso. Si se emplea un catalizador de amina terciaria, el catalizador preferiblemente está presente en una cantidad de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 3 partes de catalizador de amina terciaria por 100 partes de la formulación de espuma de poliuretano, en peso.

La formulación de espuma de poliuretano puede incluir al menos un tensioactivo, que sirve para estabilizar las burbujas de espuma hasta que la composición se haya curado. Se prefieren los tensioactivos de organosilicona, como los descritos en el documento de patente de EE.UU. No. 4,483,894. Si está presente un tensioactivo, es típico incluir hasta aproximadamente 3 partes de tensioactivo por 100 partes en peso de polioles. Sin embargo, un beneficio sorprendente de esta invención es que el surfactante a menudo se puede omitir, mientras se produce una espuma de buena calidad que tiene una estructura celular razonablemente uniforme.

Uno o más reticulantes, por el cual se entiende un compuesto que tiene al menos tres grupos reactivos con isocianato y un peso equivalente por grupo reactivo con isocianato de hasta 499, preferiblemente hasta 250, puede estar presente en la formulación de espuma de poliuretano. También puede estar presente un extensor de cadena, por el cual se entiende un compuesto que tiene exactamente dos grupos reactivos con isocianato y un peso equivalente por grupo reactivo con isocianato de hasta 499, preferiblemente hasta 250. Los reticulantes y los extensores de cadena se usan generalmente en pequeñas cantidades, tales como hasta 20, preferiblemente hasta 5 y más preferiblemente hasta 2 partes en peso por 100 partes en peso de poliol(es) que tienen un peso equivalente de 500 o más. Los ejemplos de agentes reticulantes y extensores de cadena adecuados incluyen trietanolamina, dietanolamina, monoetanolamina, glicerina, trimetilolpropano, pentaeritritol, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol, 1,4-dimetilciclohexano, 1,4 butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,3-propanodiol, dietiltoluendiamina, poliéteres terminados en amina tales como Jeffamine D-400 de Huntsman Chemical Company, aminoetilpiperazina, 2-metilpiperazina, 1,5-diamino-3- metil-pentano, isoforonadiamina, etilendiamina, hexanodiamina, hidracina, piperazina, mezclas de los mismos y similares. Los reticulantes de amina y los extensores de cadena se pueden bloquear, encapsular o por lo demás hacerse menos reactivos para reducir la reactividad inicial de la formulación y proporcionar más tiempo de trabajo para aplicar y calibrar la capa de espuma.

La formulación de espuma de poliuretano puede incluir un relleno, el cual reduce el costo general y puede mejorar la resistencia a la llama, la firmeza y otras propiedades físicas del producto. El relleno puede constituir hasta aproximadamente el 50 por ciento del peso total de la formulación de espuma de poliuretano. Los rellenos adecuados incluyen talco, mica, montmorillonita, mármol, sulfato de bario (baritas), granito de vidrio molido, vidrio molido, carbonato de calcio, trihidrato de aluminio, carbono, aramida, sílice, sílice-alúmina, circonia, talco, bentonita, trióxido de antimonio, caolín, cenizas volantes y nitruro de boro.

Se pueden usar otros aditivos, incluyendo retardantes de fuego, pigmentos, agentes antiestáticos, fibras de refuerzo, antioxidantes, conservantes, eliminadores de ácidos y similares.

5 El producto de amortiguación se puede utilizar como capa inferior de alfombra, en casa, oficina, industrial, institucional u otros entornos. En este sentido, se puede instalar y utilizar de la misma manera que los productos de relleno de alfombras convencionales. Como se mencionó, el producto de amortiguación puede tomar la forma de un cojín adjunto, en la parte inferior de un producto de alfombra de tejido o pelo. El producto de amortiguación también es útil para otras aplicaciones de relleno y amortiguación, que incluyen, por ejemplo, almohadillas para muebles y diversas aplicaciones de embalaje.

Ejemplo 1

10 Una mezcla de polioli formulada se prepara mezclando 1200 partes en peso de un polioli iniciado con amina nominalmente trifuncional, de peso equivalente 1700, la cual se prepara de acuerdo con el proceso general de USP 6,762,274, 12 partes de una disolución al 85% de dietanolamina en agua, 43,7 partes de agua y 18 partes de una disolución al 33% de trietilendiamina en dipropilenglicol. Estos se mezclan bien y se enfrían a 7 °C.

15 Las fibras de alfombra consumidas trituradas, que contienen principalmente fibras de nailon de aproximadamente 8,5 +/- 4,8 cm de longitud, se cardan y forman una capa de 30,5 x 30,5 que pesa 20,9 g. Esta capa de banda se intercala entre dos capas de película de polietileno de liberación y se coloca en un molde de 30,5 cm x 30,5 cm x 1,11 cm que se precalienta a 121 °C. La capa de banda se calienta en el molde durante 30 minutos para eliminar el agua residual de la capa y se enfría nuevamente a temperatura ambiente. La capa de película de liberación superior se retrocede, y un rodillo de 3500 g, de 30.4 cm de largo que tiene un diámetro o 4.5 cm se coloca en un extremo del molde abierto.

20 Se mezclan 104,64 g de la mezcla de polioli enfriada con 66,08 g de un producto PMDI enfriado (7 °C) que tiene un contenido de isocianato de 29,4% (SPECFLEX™ NE 134 isocianato, de The Dow Chemical Company), y 65 g del poliuretano que resulta de la formulación de espuma se vierte inmediatamente sobre la banda de fibra cardada en el molde. La película de liberación se reemplaza y el rodillo avanza a través del molde en la parte superior de la película de liberación, comprimiendo la banda de fibra y causando que las fibras individuales se humedezcan con la formulación de espuma de poliuretano.

25 Después, la parte superior se coloca sobre el molde, el molde se coloca en un horno a 121 °C y la formulación de espuma de poliuretano se deja curar durante cinco minutos a 121 °C. El molde se retira del horno y la muestra se retira. La muestra se envejece durante 7 días en las condiciones especificadas en la norma ASTM 3675-78 para ensayos de propiedades de rendimiento. La densidad, la deformación permanente y el espesor de la muestra se miden de acuerdo con la norma ASTM 3675-78. La ILD se mide de acuerdo con la norma ASTM 3574-78.

30

La deformación permanente se mide de la siguiente manera. Las muestras de espuma de 2" x 2" (5 cm X 5 cm) se forman en 2 pilas de muestras plegadas, cada una de aproximadamente 1 pulgada (2,5 cm) de espesor. La pila se coloca en un dispositivo de prueba de tracción Instron equipado con una prensa circular de 6,45 cm.² (una pulgada cuadrada) en área, y el espesor de la muestra se mide con una carga aplicada de 100 g/6,45 cm² (100 gramos por pulgada cuadrada) de 100 g/6,45 cm² (100 gramos por pulgada cuadrada).

35

Después la muestra se comprime al 50% de su espesor original entre dos placas paralelas que son cada una más grandes que el área de la muestra. Después la muestra se mantiene a este espesor comprimido y se calienta en un horno de aire circulante a 70 °C durante 22 horas.

40 Después la muestra se retira del horno y se deja que se expanda de nuevo. Se devuelve al horno durante 0,5 horas y después se deja enfriar durante 5 a 10 minutos. El espesor se vuelve a medir como antes. La deformación permanente se calcula como

$$C_f = 100 (t_o - t_f) / t_o$$

donde C_f es la deformación permanente, t_o es el espesor original y t_f es el espesor final de la muestra.

45 El rebote de bola se determina de acuerdo con la norma ASTM D3574-86 Test Method H, modificado porque el tamaño de la muestra es de 5 x 15 cm (2 x 6 pulgadas) y la altura de la muestra se construye hasta aproximadamente 2,54 cm (1 pulgada) por apilamiento de capas múltiples del compuesto. La ILD al 25% se mide de la siguiente manera. Se apilan suficientes muestras de 5 x 15 cm (2 x 6 pulgadas) de material compuesto para formar una pila de muestras plegadas, cada una de aproximadamente 2,54 cm (1 pulgada) de espesor. La pila se coloca en un dispositivo de ensayo de tracción Instron equipado con una prensa circular de 6,45 cm² (una pulgada cuadrada) en área, y el espesor de la muestra se mide con una carga aplicada de 100 g/6,45 cm² (100 gramo por pulgada cuadrada). La muestra se comprime al 75% de su espesor original, utilizando el pie de presión de una pulgada cuadrada, y se determina la carga requerida para comprimir la muestra. Esta lectura es la resistencia a la compresión de la espuma. El procedimiento se repite en una pila duplicada y los resultados se promedian.

50

La retención de ILD al 25% se determina de la siguiente manera. La ILD al 25% se mide en una muestra como se describe anteriormente. La muestra se somete después a 12,000 ciclos de compresión en un probador Hexapod, el cual simula el tráfico repetido de la muestra, y la ILD al 25% se vuelve a medir como antes. La retención de la ILD al 25% se calcula como la segunda medida de la ILD al 25% como porcentaje de la medida inicial de la ILD al 25%.

55

ES 2 727 720 T3

Los resultados de los ensayos anteriores son los indicados en la Tabla 1. Las propiedades de un producto de capa inferior de alfombra de rebote disponible en el mercado se dan para comparación.

Tabla 1

Propiedad	Ejemplo 1	Capa inferior de rebote comercial
Tiempo de curación, min.	5	N/A
Peso de la muestra, g/m ²	1016	1098
Contenido en fibra posterior al consumo, %	22	0
Densidad de la almohadilla, kg/m ³	80.4	96.4
Espesor, mm	12.6	11,3
ILD al 25%, kPa	25.5	22
la deformación permanente al 50%, %	15	14
Rebote de bola, %	41	30
Retención de ILD al 25%, %	60	54

- 5 Los datos en la Tabla 1 muestran que el Ejemplo 1 tiene valores ILD, deformación permanente y rebote de bola que se aproximan mucho a los del material de rebote comercial, aun cuando la densidad y el peso de la almohadilla son más bajos para el Ejemplo 1, e incluso si el Ejemplo 1 contiene un valor significativo de contenido de fibra posterior al consumo. La retención de ILD para el Ejemplo 1 también es mejor que la del material de rebote comercial.

A pesar de la ausencia de un tensioactivo, el cojín tiene una buena estructura celular uniforme y buenas propiedades.

10 **Ejemplo 2**

Se repite el Ejemplo 1, utilizando la siguiente mezcla de polioliol formulada en lugar de la descrita en el Ejemplo 1:

copolímero aleatorio de 87% de óxido de propileno y 13% de óxido de etileno, nominalmente trifuncional, de peso equivalente 1030:	19 partes
poli(óxido de propileno) cubierto con óxido de etileno nominalmente trifuncional que tiene grupos hidroxilo primarios al 88%, de 1550 peso equivalente,	81 partes
Disolución de dietanolamina al 85% en agua:	0,6 partes
Tensioactivo de silicona:	1,5 partes
Agua:	3,61 partes
Disolución de trietilendiamina al 33% en dipropilenglicol:	0,17 partes
bis(dimetilaminoetil) éter al 30% en dipropilenglicol:	0,12 partes

De lo contrario, las condiciones son idénticas a las del Ejemplo 1, excepto que la temperatura del molde es de solo 100 °C.

- 15 Las propiedades se miden como en el Ejemplo, con los resultados como se indica en la Tabla 2:

Tabla 2

Propiedad	Ejemplo 1
Tiempo de curación, min.	5
Peso de la muestra, g/m ²	997
Contenido de fibra posterior al consumo, %	28
Densidad de la almohadilla, kg/m ³	72,4
Espesor, mm	12,7
ILD al 25%, kPa	15,1
Deformación permanente al 50%, %	15
Rebote de bola, %	35,7
Retención de ILD al 25%, %	77,5

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un producto de revestimiento de suelo de poliuretano espumado, que comprende:
- 5 a) formar una capa de banda que contiene al menos 30% en peso de fibras, tal que la capa de banda tenga un peso de 150 a 660 g/m² y un espesor de 6,3 a 25 mm (0,25 a 1 pulgada) y las fibras en la capa de banda tienen una longitud promedio de 0,75 a 40 cm;
- 10 b) aplicar continuamente una formulación de espuma de poliuretano enfriada que incluye al menos un poliisocianato, agua y al menos un poliol que tiene un peso equivalente de al menos 500 a la capa de banda, teniendo la formulación de espuma de poliuretano enfriada una temperatura de no más de 15 °C cuando se aplica a la capa de banda, y se comprime la capa de banda y se aplica una formulación de espuma de poliuretano de 5 a 35% del espesor original de la capa de banda para humedecer mecánicamente las fibras en la capa de banda; y después
- 15 c) calibrar la capa de banda húmeda a un espesor de 6,3 a 25 mm (0,25 a 1,0 pulgadas) y, mientras se realiza el calibre, calentar la formulación de espuma de poliuretano a una temperatura de 80 a 160 °C para curar la formulación de espuma de poliuretano para producir un cojín de espuma de poliuretano curado y calibrado que contiene de 5 a 50% en peso de las fibras.
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que la formulación de espuma de poliuretano enfriada tiene una temperatura de no más de 10 °C cuando se aplica a la capa de banda.
3. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que la capa de banda contiene al menos 50% en peso de fibras.
- 20 4. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que la capa de banda contiene además al menos 50% en peso de fibras.
5. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que la capa de banda comprende fibras cardadas.
6. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que las fibras se obtienen a partir de productos de alfombras postconsumo.
- 25 7. El proceso de cualquier reivindicación precedente, en el que el producto de revestimiento de suelo de poliuretano espumado tiene una densidad de 48 a 160 kg/m³ (3 a 10 libras/pie cúbico).
8. Un producto de revestimiento de suelo de poliuretano espumado producido por el proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-7.
9. El producto de la reivindicación 8, que contiene de 5 a 30% en peso de fibras.
- 30