

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-185206

(P2017-185206A)

(43) 公開日 平成29年10月12日(2017.10.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
A47C 27/14 (2006.01)	A47C 27/14	A 3B096
C08G 18/00 (2006.01)	C08G 18/00	F 4J034
C08G 18/20 (2006.01)	C08G 18/20	
C08G 101/00 (2006.01)	C08G 101:00	

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L 外国語出願 (全 52 頁)

(21) 出願番号	特願2017-21936 (P2017-21936)	(71) 出願人	501073862 エボニック デグサ ゲーエムベーハー Evonik Degussa GmbH ドイツ連邦共和国 エッセン レリングハウザー シュトラーセ 1-11 Rellinghauser Strasse 1-11, D-45128 Essen, Germany
(22) 出願日	平成29年2月9日(2017.2.9)	(74) 代理人	110002538 特許業務法人あしたば国際特許事務所
(31) 優先権主張番号	16154988.6	(72) 発明者	トーマス ギュンター ドイツ連邦共和国 41464 ノイス ノルドカナルアレイ 48
(32) 優先日	平成28年2月10日(2016.2.10)		
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		

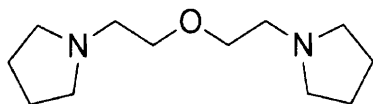
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐老化性及び低放出のマットレス及び／又はクッション

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】軟質ポリウレタンフォームから成る少なくとも1つのセクションを有する耐老化性及び低放出マットレス及び／又はクッションを提供する。

【解決手段】前記軟質ポリウレタンフォームが、式(I)：



(I)

で表される化合物と少なくとも1つの発泡剤との存在下で、少なくとも1つのポリオール成分と少なくとも1つのイソシアネート成分とを反応させることにより得られる耐老化性及び低排出マットレス及び／又はクッション。

【選択図】なし

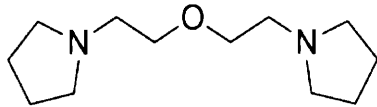
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

軟質ポリウレタンフォームから成る少なくとも 1 つのセクションを有するマットレス及び / 又はクッションであり、

前記軟質ポリウレタンフォームが、式 (I) :

【化 1】



(I)

10

で表される化合物と少なくとも 1 つの発泡剤との存在下で、少なくとも 1 つのポリオール成分と少なくとも 1 つのイソシアネート成分とを反応させることにより得られることを特徴とするマットレス及び / 又はクッション。

【請求項 2】

前記軟質ポリウレタンフォームが熱硬化ポリウレタンフォーム、高反発性軟質ポリウレタンフォーム、若しくは粘弾性軟質ポリウレタンフォームであること、又はこれらの軟質フォームを組み合わせたものを使用することを特徴とする請求項 1 に記載のマットレス及び / 又はクッション。

【請求項 3】

前記軟質ポリウレタンフォームが、D I N E N I S O 8 3 0 7 : 2 0 0 8 - 0 3 に準拠し、1 ~ 8 0 % の反発弾性、及び / 又は 5 ~ 1 5 0 k g / m³ のフォーム密度、及び / 又は任意に前記フォームを押しつぶした後、1 ~ 2 5 0 水柱 m m、特に 1 ~ 5 0 水柱 m m の気孔率を有することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のマットレス及び / 又はクッション。

20

【請求項 4】

前記軟質ポリウレタンフォームが、D I N E N I S O 3 3 8 6 - 1 : 2 0 1 5 - 1 0 に準拠し、C L D 4 0 % で 0 . 1 ~ 8 . 0 k P a の圧縮強度を有することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のマットレス及び / 又はクッション。

【請求項 5】

前記軟質ポリウレタンフォームが、熱硬化軟質ポリウレタンフォームであり、好ましくは D I N E N I S O 3 3 8 6 - 1 : 2 0 1 5 - 1 0 に準拠し、C L D 4 0 % で 2 . 0 ~ 8 . 0 k P a の圧縮強度、及び / 又は D I N E N I S O 8 3 0 7 : 2 0 0 8 - 0 3 に準拠し、1 5 ~ 6 0 % の反発弾性、及び / 又は 8 ~ 8 0 k g / m³ のフォーム密度、及び / 又は 1 ~ 2 5 0 水柱 m m、特に 1 ~ 5 0 水柱 m m の気孔率を有することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のマットレス及び / 又はクッション。

30

【請求項 6】

前記軟質ポリウレタンフォームが、高反発性軟質ポリウレタンフォームであり、好ましくは D I N E N I S O 3 3 8 6 - 1 : 2 0 1 5 - 1 0 に準拠し、C L D 4 0 % で 2 . 0 ~ 5 . 0 k P a、特に 2 . 5 ~ 4 . 5 k P a の圧縮強度、及び / 又は D I N E N I S O 8 3 0 7 : 2 0 0 8 - 0 3 に準拠し、5 5 % 以上の反発弾性、及び / 又は 2 5 ~ 8 0 k g / m³ のフォーム密度、及び / 又は好ましくは前記フォームを押しつぶした後に、1 ~ 2 5 0 水柱 m m、特に 1 ~ 5 0 水柱 m m の気孔率を有することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のマットレス及び / 又はクッション。

40

【請求項 7】

前記軟質ポリウレタンフォームが、粘弾性軟質ポリウレタンフォームであり、好ましくは - 2 0 ~ 1 5 のガラス転移温度、及び / 又は D I N E N I S O 3 3 8 6 - 1 : 2 0 1 5 - 1 0 に準拠し、C L D 4 0 % で 0 . 1 ~ 5 . 0 k P a、特に 0 . 5 ~ 2 . 0 k P a の圧縮強度、及び / 又は D I N E N I S O 8 3 0 7 : 2 0 0 8 - 0 3 に準拠し、1 0 % 未満の反発弾性、及び / 又は 3 0 ~ 1 3 0 k g / m³ のフォーム密度、及び / 又

50

は好ましくは前記フォームを押しつぶした後に、1～250水柱mm、特に1～50水柱mmの気孔率を有することを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のマットレス及び/又はクッション。

【請求項8】

高さが少なくとも1cm以上50cm未満であり、幅が少なくとも20cm以上300cm未満、好ましくは少なくとも70cm以上200cm未満であり、長さが少なくとも20cm以上300cm未満、好ましくは少なくとも150cm以上220cm未満であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載のマットレス。

【請求項9】

マルチゾーンマットレスとして設計されることを特徴とする請求項1～8のいずれか1項に記載のマットレス。

10

【請求項10】

特にマットレスの切れ目及び/又は空洞により形成される部分に、硬度の異なる領域が分布していることを特徴とする請求項1～9のいずれか1項に記載のマットレス。

【請求項11】

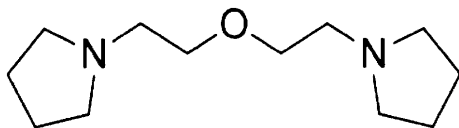
高反発性フォームマットレス、粘弾性マットレス、ゲルフォームマットレス、ラテックスマットレス、又はボックススプリングマットレスである請求項1～10のいずれか1項に記載のマットレス。

【請求項12】

式(I):

20

【化2】



(I)

で表される化合物の存在下で、少なくとも1のポリオール成分と少なくとも1のイソシアネート成分とを反応させることにより得られる軟質ポリウレタンフォームの、マットレス及び/又はクッション、特にマットレスでの使用。

30

【請求項13】

耐老化性と放出挙動が改善されたマットレス及び/又はクッションを提供するための請求項12に記載の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、マットレス及び/又はクッション、特にマットレス、そして軟質ポリウレタンフォームの分野に属する。本発明は、好ましくは軟質ポリウレタンフォームから成る少なくとも1つのセクションを有するマットレス及び/又はクッション、特にマットレスの提供に関する。

40

【背景技術】

【0002】

ポリウレタンフォームを有するマットレス及び/又はクッションは、先行技術により昔から知られており、世界中で使用されている。例えば、睡眠の快適性を最適化するために、このようなマットレス及び/又はクッションをこれまで以上に改善しようとする試みが数多く行われてきた。最適化の要求は、今日まで十分に満たされていない。

【0003】

ポリウレタンフォームを有するマットレス及び/又はクッションの分野において恒常的に生じる課題は、老化挙動である。老化の過程で、マットレス及び/又はクッションに素材疲労が生じることがある。例えば、マットレス及び/又はクッションの硬度が、局所的

50

に又はマットレス全体にわたって変化することがある。多くの場合、硬度の低下が見られる。これにより、空洞が形成されたり、マットレス全体に硬度差が生じたりすることがある。貧弱なマットレスは、しばしば腰痛、頭痛又は睡眠障害のきっかけとなる。

【0004】

素材疲労の主な原因は、敷かれた際のマットレス及び／又はクッションの圧縮である。熱、湿気、紫外線、そしてマットレス素材の酸化及び分解の進行は、同様に素材疲労の進行を加速させ得る。これは、特に、軟質ポリウレタンフォームを有するマットレス及び／又はクッションに当てはまる。特に、使用されるポリウレタンフォームが熱（熱老化）を受ける際のその耐熱性及び／又は耐老化性に更なる改良が必要である。第三級アミンは、このような軟質PUフォームの製造において、特にイソシアネートとポリオールとの反応、及びイソシアネートと水との反応を触媒するために、触媒として通常使用される。従って、このような化合物は、事実上、軟質PUフォームを製造するための必須添加物と見なされる。しかしながら、これらのアミン触媒の多くは、通常、PUフォームの耐老化性に悪影響を及ぼす。ポリウレタンフォームを有するマットレス及び／又はクッションに関する更なる問題は、これらの製品の放出プロファイルが時に厳しい要求を満たさなければならないことである。アミン放出は、しばしば放出プロファイル全体に大きく貢献する。次に、軟質ポリウレタンフォームの割合は、多くの場合、ポリウレタンフォームを有するこれらのマットレス及び／又はクッションのアミン放出に関係する。従って、ポリウレタンフォームを有するマットレス及び／又はクッションの構成要素として、低放出かつ耐老化性の軟質ポリウレタンフォームを製造するという全体的な課題が残っている。

10

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

この背景に照らし、本発明の明確な目的は、アミン放出が特に低く、それと同時に、特に良好な耐老化性を有するポリウレタンフォーム含有マットレス及び／又はクッションを提供することである。

【0006】

本発明の目的において、アミンに関して「低放出」とは、具体的には、マットレス及び／又はクッション、好ましくマットレスを製造するための軟質ポリウレタンフォームが、DIN規格DIN EN ISO 16000-9:2008-04に基づき、試験室法により適切に測定され、試験室法の24時間後に、 $0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上 $40 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下、好ましくは $0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上 $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下、特に好ましくは $0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上 $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下のアミン放出を有することを意味する。

30

【0007】

本発明の目的において、「耐老化性」とは、特に、軟質ポリウレタンフォームの老化挙動、具体的には耐熱性及び／又は熱（熱老化）に対する耐老化性の改善を意味する。このような老化現象は、しばしば軟質ポリウレタンフォームを製造するための触媒系の選択と密接に関係し、一般的に素材疲労につながる。

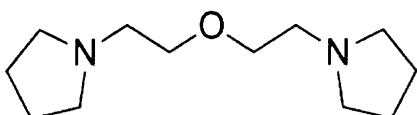
【0008】

本願明細書において、驚くべきことだが、本目的は、本発明の主題事項により達成されることが分かった。本発明は、軟質ポリウレタンフォームから成る少なくとも1つのセクションを有するマットレス及び／又はクッションを提供し、前記軟質ポリウレタンフォームは、式(I)：

40

【0009】

【化1】



(I)

50

【0010】

で表される化合物と少なくとも1種の発泡剤の存在下での、少なくとも1種のポリオール成分と少なくとも1種のイソシアネート成分との反応により得られる。更なる慣用添加剤、活性物質及び補助剤を、必然的に又は任意に、上記の反応において使用することが好ましい。マットレスは、本発明の目的にとって非常に好適である。これは、以下の好適な実施形態全てに適用されることが好ましい。

【0011】

式(I)の化合物を用いてこのようにして製造される軟質ポリウレタンフォームは、特に実施例で示されるような試験法を用いて実証される通り、有利にアミン放出が特に低く、それと同時に耐老化性を有する。対応する軟質ポリウレタンフォームの耐熱性及び/又は耐久性は、先行技術による従来の触媒を用いて製造される軟質ポリウレタンフォームと比較し、式(I)の本発明に係る窒素含有化合物を用いて製造する場合に有利に改善され得る。特に温度70、100、120、125及び/又は140、老化時間2時間、4時間、16時間、22時間、24時間、48時間、72時間及び/又は168時間、好ましくは2時間、24時間及び/又は168時間の、DIN規格DIN EN ISO 2440/A1:2009-01に準拠する乾熱老化の状況における軟質ポリウレタンフォーム、好ましくは軟質スラブストックフォームの場合に有利にプラスの効果が見られる。

10

【0012】

マットレス自体、及びその製造は公知である。それらは、通常、例えばフォーム、ラテックス、天然生成物を含むマットレスコア及び/又はスプリングコア、並びにマットレスを囲むカバーのみから成る。対応する構成がクッションにも当てはまる。軟質ポリウレタンフォームから成るセクションが、少なくとも一部、マットレス及び/又はクッションに存在するという記載は、マットレス及び/又はクッションの少なくとも一部が、軟質ポリウレタンフォーム又は種々の軟質ポリウレタンフォームのみから成ることを意味している。マットレス及び/又はクッションの全重量に対し、この部分は、少なくとも1重量%又は5重量%又は25重量%、好ましくは少なくとも50重量%、特に好ましくは少なくとも75重量%である。カバーを除いて、マットレス及び/又はクッションが完全に軟質ポリウレタンフォームのみから成ることも可能である。

20

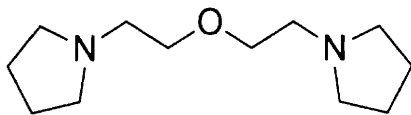
【0013】

ポリウレタンフォームの製造も同様に公知である。それは、重付加反応における少なくとも1種の発泡剤(例えば水)の存在下で、少なくとも1種のポリオール成分と少なくとも1種のイソシアネート成分との十分に試行された反応により形成される。本発明では、この反応が式(I)で表される化合物の存在下で行われることが重要である。

30

【0014】

【化2】



(I)

40

【0015】

本発明の好適な実施形態によると、マットレス及び/又はクッションに存在する軟質ポリウレタンフォームは、熱硬化軟質ポリウレタンフォーム、高反発性軟質ポリウレタンフォーム又は粘弾性軟質ポリウレタンフォームであるか、或いはこれらの軟質フォームの組み合わせ、例えばこれらの軟質フォームの2つか3つを使用する。上記の軟質フォーム型の違いは、当業者にそれ自体周知である。これらは、当該分野において相応に定着した周知の技術用語であるが、本願明細書では簡潔に説明される。

【0016】

高反発性軟質フォームと熱硬化軟質フォームの重大な差異は、前者の場合、高反応性ポ

50

リアルと任意に低分子量架橋剤が使用され、該架橋剤が比較的高官能性のイソシアネートによって機能する点である。イソシアネート基とヒドロキシル基との反応は、早ければフォームの膨張段階（ $-NCO$ と H_2O による CO_2 生成）で生じる。この急速なポリウレタン反応は、通常、粘度上昇の結果として、発泡工程においてフォームに比較的高い固有安定性をもたらす。高反発性軟質ポリウレタンフォームは、通常、その外側帯の安定化が重要な役割を果たす高弾性フォームである。高い固有安定性のために、該セルは、発泡工程終了時に一般に十分に開かれておらず、機械的に更にこじ開けられる必要がある。ここで必要な力（「押しつぶす力（FTC）」）は、オープンセルの割合の目安である。通常、押しつぶすのに必要な力が小さくて済むオープンセルの割合が多いフォームが望ましい。金型での発泡では、高反発性軟質ポリウレタンフォームは、熱硬化軟質ポリウレタン

10

【0017】

オープンセル軟質ポリウレタンフォームは、通常、（好ましくは、フォーム試料から流れが生じる際の圧力差を測ることにより測定される、）1～250 mm水柱の範囲、特に1～50 mm水柱の範囲の気体透過性（「気孔率」とも呼ばれる）を有する。この目的のために、厚さ5 cmのフォームディスクを平滑なベース上に配置する。フォームプレート上に、重量800 g（10 cm×10 cm）で、中心穴（直径2 cm）及びホース接続部を有するプレートを配置する。中央穴から、8 L/分で一定の空気流をフォーム試料に流す。フォームが閉じている程、圧力が高くなり、水柱表面が下方に押され、測定値が大きくなる。

20

【0018】

熱硬化軟質フォームは、通常、用途に応じて、8～80 kg/m³のフォーム密度を有する。特に高品質のマットレスの製造のための高反発性軟質フォームは、通常25～80 kg/m³の密度範囲で製造される。特に、そのようなフォームをマットレス、マットレス成分、及び/又はクッションとして使用する場合、消費者の地域的状況、要求及び好みに応じて区別される。

【0019】

高反発弾性フォームの重要な特徴は、反発弾性（「ボールリバウンド」（BR）又は「弾性」とも呼ばれる）である。反発弾性を測定する方法は、例えば、DIN EN ISO 8307:2008-03に記載されている。一定の質量を有する鋼球を特定の高さから試験片上に落下させ、次いで、落下高さにおける反発高さ（%単位）を測定する。高弾力性軟質フォームの典型的な値は、通常、55%以上である。従って、高反発性軟質フォームは、しばしばHRフォームとも呼ばれる。比較すると、熱硬化軟質ポリウレタンフォームは、通常15%～最大60%の反発値を有する。

30

【0020】

特定の種のポリウレタンフォームは、粘弾性フォームのポリウレタンフォームである。これらは「メモリーフォーム」という名前でも知られており、低反発弾性（好ましくは10%未満）と、圧縮後の緩やかな回復（回復時間は好ましくは2～10秒）の両方を示す。この種の材料は、先行技術において周知であり、特にそのエネルギー吸収特性と吸音特性で高く評価されている。典型的な粘弾性フォームは、通常、従来の軟質ポリウレタンフォームと比較し、気孔率が低く、かつ密度が高い（又はフォーム密度（FD）が高い）。クッションのフォーム密度は、通常30～50 kg/m³であり、従って粘弾性フォームの典型的な密度スケールの下限にあり、マットレスの密度は通常60～130 kg/m³である。

40

【0021】

従来のポリウレタンフォームでは、重合中に硬質相（高ガラス転移温度）及び軟質相（低ガラス転移温度）が交互に配置され、互いに自発的に分離して「バルクポリマー」内に形態学的に異なる相を形成する。このような材料は、「相分離した」材料とも呼ばれる。これに関連して、粘弾性ポリウレタンフォームは、上記の相分離が不完全にしか起こらない特殊な場合である。粘弾性フォームの場合のガラス温度は、好ましくは-20～+1

50

5 であり、一方、熱硬化軟質ポリウレタンフォームと高弾性軟質ポリウレタンフォームのガラス転移温度は、通常 - 35 未満である。主としてポリマーのガラス温度に基づくこのような「構造粘弾性」は、空気効果に起因する（主に）オープンセルを有するポリウレタンフォームの粘弾性とは区別されるべきである。これは、後者の場合、実質的に閉じたセル、すなわちわずかに開いたセルのみがフォーム材料内に存在するためである。オリフィスのサイズが小さいために、空気が圧縮後徐々にしか戻らず、結果として回復が遅くなる。

【0022】

様々な軟質ポリウレタンフォームは、フォーム密度に応じて分類されるだけでなく、しばしば、特定の用途のために耐荷重能力とも呼ばれるその圧縮強度に応じて分類される。従って、熱硬化軟質ポリウレタンフォームの DIN EN ISO 3386-1:2015-10 に準拠する CLD (圧縮荷重たわみ) 40% の圧縮強度は、通常、2.0 ~ 8.0 kPa である。高反発性軟質フォームは一般に 2.0 ~ 5.0 kPa、特に 2.5 ~ 4.5 kPa の値を有するが、粘弾性ポリウレタンフォームは通常 0.1 ~ 5.0 kPa、特に 0.5 ~ 2.0 kPa の値を有する。

10

【0023】

本発明の好適な実施形態では、本発明に従って使用される軟質ポリウレタンフォームは、（特に高反発性軟質ポリウレタンフォームの場合、任意にフォームを開放した後、）反発弾性、フォーム密度、及び/又は気孔率に関して、以下の好適な特性を有する。すなわち、DIN EN ISO 8307:2008-03 に準拠して測定される反発弾性率が 1 ~ 80% であり、及び/又はフォーム密度が 5 ~ 150 kg/m³ であり、及び/又は気孔率が 1 ~ 250 mm の水柱、特に 1 ~ 50 mm の水柱である。上記のような、反発弾性、フォーム密度、及び/又は気孔率に関する 3 つの基準を全て満たすことが特に好ましい。特に、本発明に従って使用される軟質ポリウレタンフォームは、DIN EN ISO 3386-1:2015-10 に準拠する CLD 40% の圧縮強度が 0.1 ~ 8.0 kPa である。

20

【0024】

熱硬化軟質ポリウレタンフォーム、高反発性軟質ポリウレタンフォーム及び粘弾性軟質ポリウレタンフォーム、並びにその製造はそれ自体公知である。本発明の目的のために、熱硬化軟質ポリウレタンフォームは、特に、DIN EN ISO 3386-1:2015-10 に準拠する CLD 40% の圧縮強度が 2.0 ~ 8.0 kPa、及び/又は DIN EN ISO 8307:2008-03 に準拠して測定される反発弾性率が 15 ~ 60%、及び/又はフォーム密度が 8 ~ 80 kg/m³、及び/又は気孔率が 1 ~ 250 mm、特に 1 ~ 50 mm の水柱である。可能性のある製造方法は、例えば、EP 2 481 770 A2 又は EP 2 182 020 A1 に記載されている。本発明の目的のために、高反発弾性軟質ポリウレタンフォームは、特に、DIN EN ISO 3386-1:2015-10 に準拠する CLD 40% の圧縮強度が 2.0 ~ 5.0 kPa、特に 2.5 ~ 4.5 kPa、及び/又は DIN EN ISO 8307:2008-03 に準拠して測定される反発弾性率が 55% 以上、及び/又はフォーム密度が 25 ~ 80 kg/m³、及び/又は（フォームを開放した後の）気孔率が 1 ~ 250 mm 水柱、特に 1 ~ 50 mm 水柱である。可能性のある製造方法は、例えば EP 1 777 252 B1 に記載されている。本発明の目的のために、粘弾性軟質ポリウレタンフォームは、特に、ガラス転移温度が -20 ~ +15、及び/又は DIN EN ISO 3386-1:2015-10 に準拠する CLD 40% の圧縮強度が 0.1 ~ 5.0 kPa、特に 0.5 ~ 2.0 kPa、及び/又は DIN EN ISO 8307:2008-03 に準拠して測定される反発弾性率が 10% 未満、及び/又はフォーム密度が 30 ~ 130 kg/m³、及び/又は（フォームを開放した後の）気孔率が 1 ~ 250 mm 水柱、特に 1 ~ 50 mm である。可能性のある製造方法は、例えば WO 2013/131710 A2 に記載されている。ガラス転移温度は、動的機械分析 (DMA) (DIN 53513:1990-03) 又は示差走査熱量測定 (DSC) (ISO 11357-2:2013

30

40

50

)を使用して測定することができる。測定されるのは、厳密に言うと、特定の温度範囲を超えて延びるガラス転移の範囲である。

【0025】

本発明の好適な実施形態では、本発明のマットレスは、高さが少なくとも1 cm以上50 cm未満、幅が少なくとも20 cm以上300 cm未満、長さが少なくとも20 cm以上300 cm未満である。好適な寸法は、例えば、高さが5 cm～40 cm、幅が70 cm～200 cm、長さが150 cm～220 cmである。本発明の好適な実施形態では、本発明のクッションは、高さが少なくとも1 cm以上40 cm未満、幅が少なくとも15 cm以上200 cm未満、長さが少なくとも15 cm以上200 cm未満である。好適な寸法は、例えば、高さが2 cm～30 cm、幅が15 cm～50 cm、長さが15 cm～50 cmである。

10

【0026】

本発明の更に好適な実施形態では、それはマルチゾーンマットレスとして構成される。異なるゾーンでは、特にそれぞれの硬度が異なる。このようなマルチゾーンマットレスとその製造はそれ自体公知である。それらは商業的に広く販売されている。特に、該マットレスは、マットレスの長手方向に延び、かつ適切な幅が設けられた硬度の異なる7つのゾーンを有する。該マットレスにおいて、特に該マットレス内の切れ目及び/又は空洞により形成される部分に様々な硬度の領域が分布している場合、これは本発明の更に好適な実施形態を構成している。

20

【0027】

本発明の更に好適な実施形態では、本発明のマットレスは、高反発性ポリウレタンフォームマットレス、粘弾性軟質ポリウレタンフォームマットレス、熱硬化ポリウレタンフォームマットレス、ポリウレタンゲルフォームマットレス、ラテックスマットレス、又はボックススプリングマットレスである。これらの種のマットレスは、当業者に周知であり、これらの名前で世界中で販売されている。熱硬化フォームマットレスは、通常、市場では単純にフォームマットレスと呼ばれている。本発明の目的において使用されるマットレスという用語には、対応するマットレスカバー及び下敷きも含まれる。

【0028】

本願明細書で使用され得る種々のPURフォームの製造は、それ自体公知であり、PURフォームが式(I)の化合物の存在下で製造されるという条件で、実績のある全ての方法を利用することが可能である。原則的に、対応するPURフォームの製造はこれ以上の説明を必要としないが、本発明の目的のために使用されるPURフォームの製造方法のうち、好ましいものの詳細を以下に示す。本発明の主題を、以下の実施例により説明するが、本発明はこれらの例示的な実施形態に限定されるものではない。化合物の範囲、一般式又は分類が以下に規定される場合、これらは、明示的に言及されている化合物の対応する範囲又は群のみならず、個々の値(範囲)や化合物を除外することによって誘導され得る化合物の全てのサブレンジ及びサブグループを包含する。本願明細書において文献が引用される場合、その内容は、特に文献が引用された文脈を形成する主題に関して、全体として考慮され、本発明の開示内容の一部を形成する。別段の記載がない限り、百分率は重量パーセントで表したものである。以下に平均値が報告される場合、別段の記載がない限り、問題の値は重量平均である。測定により決定されるパラメータが以下に報告される場合、別段の記載がない限り、測定値は温度25の温度かつ圧力101.325 Paの圧力で測定されている。

30

40

【0029】

本発明の目的のために、ポリウレタンはイソシアネート、特にポリイソシアネートと、適切なイソシアネート反応性分子とから誘導される全ての反応生成物である。これらには、ポリイソシアヌレート、ポリ尿素、及びアロファネート - 、ピウレット - 、ウレトジオン - 、ウレトニイミン - 若しくはカルボジイミド含有イソシアネート又はポリイソシアネート反応生成物が含まれる。言うまでもなく、様々な軟質ポリウレタンフォーム、例えば熱硬化、高反発弾性又は粘弾性軟質ポリウレタンフォームを製造しようとする当業者は、

50

所望の種のポリウレタン、特にポリウレタンフォームを得るために、それぞれの目的に必要な物質、例えばイソシアネート、ポリオール、安定剤、界面活性剤等を適切に選択することができる。開始物質、触媒、並びに使用される補助剤及び添加剤は、例えば *Kunststoffhandbuch* [プラスチックハンドブック]、第7巻、ポリウレタン [ポリウレタン]、*Carl-Hanser-Verlag Munich*、第1版、1966年、第2版、1983年及び第3版、1993年に見出すことができる。以下の化合物、成分及び添加物は、単に例として挙げられ、当業者に周知の他の物質によって置換及び/又は補充可能である。

【0030】

使用されるイソシアネート成分は、好ましくは2以上のイソシアネート官能基を有する1以上の有機ポリイソシアネートである。使用されるポリオール成分は、好ましくは2以上のイソシアネートと反応する基（以下、イソシアネート反応基）を有する1以上のポリオールである。

10

【0031】

使用されるイソシアネート成分は、好ましくは、2つ以上のイソシアネート官能基を有する1つ以上の有機ポリイソシアネートである。使用されるポリオール成分は、好ましくは、2つ以上のイソシアネート反応性基を有する1つ以上のポリオールである。

【0032】

本発明の目的のためのイソシアネート成分として好適なイソシアネートは、少なくとも2個のイソシアネート基を有する全てのイソシアネートである。一般に、それ自体公知の全ての脂肪族、脂環式、アリール脂肪族、及び好ましくは芳香族の多官能性イソシアネートを使用することが可能である。好ましくは、イソシアネートは、イソシアネート消費成分の合計に対して、60～350mol%、より好ましくは60～140mol%の範囲で使用される。

20

【0033】

特定の例は、アルキレン基に4～12個の炭素原子を有するアルキレンジイソシアネート、例えばドデカン1,12-ジイソシアネート、2-エチルテトラメチレン、1,4-ジイソシアネート、2-メチルペンタメチレン、1,5-ジイソシアネート、テトラメチレン-1,4-ジイソシアネート、好ましくはヘキサメチレン-1,6-ジイソシアネート(HMDI)、シクロヘキサン1,3-及び1,4-ジイソシアネート等の脂環式ジイソシアネート並びにこれらのアイソマーの任意の混合体、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン(略してイソホロンジイソシアネート又はIPDI)、ヘキサヒドロトリレン2,4-及び2,6-ジイソシアネート並びに対応するアイソマー混合物、好ましくは芳香族ジイソシアネート及びポリイソシアネート、例えばトリレン2,4-及び2,6-ジイソシアネート(TDI)及び対応するアイソマー混合体、ジフェニルメタン2,4'-及び2,2'-ジイソシアネート(MDI)及びポリフェニルポリメチレンポリイソシアネート(粗MDI)及び粗MDIとトリレンジイソシアネート(TDI)の混合体である。有機ジイソシアネート及びポリイソシアネートは、個々に又はそれらの混合体の形態で使用することができる。

30

【0034】

ウレタン、ウレトジオン、イソシアヌレート、アロファネート、及び変性イソシアネートと呼ばれる他の基の組み込みによって変性されたイソシアネートを使用することも可能である。

40

【0035】

従って、特に好適な有機ポリイソシアネートは、トリレンジイソシアネート(純粋な形態又は種々の組成物のアイソマー混合体としてのトリレン2,4-及び2,6-ジイソシアネート(TDI))、ジフェニルメタン4,4'-ジイソシアネート(MDI)、(MDIの4,4'アイソマー並びに2,4'及び2,2'アイソマーと、2以上の環を有する生成物を含む)「粗MDI」又は「高分子MDI」の種々のアイソマー、そして「純MDI」と呼ばれ、主に2,4'及び2,2'アイソマー混合体並びにそれから誘導される

50

ブレポリマーを含有する二環生成物である。特に好適なイソシアネートの例は、例えば、参考として組み込まれるEP 1 712 578、EP 1 161 474、WO 0 / 58383、US 2007 / 0072951、EP 1 678 232及びWO 2005 / 085310に詳細に記載されている。

【0036】

本発明の目的のためのポリオール成分として好適なポリオールは、2以上のイソシアネート反応性基、好ましくはOH基を有する全ての有機物質、そしてそれらの配合物である。好適なポリオールは、全てのポリエーテルポリオール、及び/又はポリエステルポリオール、及び/又はポリウレタン系、特にポリウレタンフォーム、特にポリエーテルポリカーボネートポリオールの製造に慣例的に使用される水酸基含有脂肪族ポリカーボネート、及び/又は分散形態で40%以上の固体含量まで固体有機充填剤を含有する、SAN、PHD及びPIPAポリオール等の充填ポリオール(ポリマーポリオール)、及び/又は触媒活性官能基、特にアミノ基を含有する自己触媒性ポリオール、及び/又は「天然油系ポリオール」(NOP)として知られる天然起源のポリオールである。ポリオールは、通常、官能価が1.8~8、かつ数平均分子量が500~15,000である。10~1,200mg KOH/gのOH価を有するポリオールが通常使用される。数平均分子量は、一般に、ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)を用いて、特にポリプロピレングリコールを参照物質として、テトラヒドロフラン(THF)を溶離剤として用いて測定される。OH価については、特にDIN規格DIN 53240:1971-12に準拠して測定することができる。結果として生じるフォームに必要な特性に応じて、例えば、US 2007 / 0072951 A1、WO 2007 / 111828、US 2007 / 023880、US 6359022又はWO 96 / 12759に記載されているような、適切なポリオールを使用することができる。更なるポリオールは当業者に周知されており、例えばEP-A-0380993又はUS-A-3346557に見出すことができる。

10

20

30

【0037】

特に成形高弾性軟質フォームの製造のための本発明の好適な一実施形態は、第1級ヒドロキシル基を有する2官能性及び/又は3官能性ポリエーテルアルコール、特に鎖末端に酸化エチレンブロックを有するものを好ましくは50%超、より好ましくは80%超使用する。特に上記のフォームの製造に好適なこの実施形態の必要な特性によると、本願明細書に記載のポリエーテルアルコールだけでなく、第1級ヒドロキシル基を有し、酸化エチレン、具体的には酸化エチレンブロックの割合が70%より多く、好ましくは90%より多い酸化エチレンを主に基質とする更なるポリエーテルアルコールを使用することが好ましい。この好適な実施形態に記載されている全てのポリエーテルアルコールは、好ましくは官能価が2~8、特に好ましくは2~5、数平均分子量が2,500~15,000、好ましくは4,500~12,000、通常OH価が5~80、好ましくは20~50mg KOH/gである。

【0038】

特に軟質スラブストックフォームの製造のための本発明の更に好適な実施態様は、第2級ヒドロキシル基を有する2官能性及び/又は3官能性ポリエーテルアルコール、具体的には鎖末端に酸化プロピレンブロック、若しくはランダムな酸化プロピレン及び酸化エチレンブロックを有するもの、又は酸化プロピレンブロックのみを基質とするものを好ましくは50%超、より好ましくは90%超使用する。このようなポリエーテルアルコールは、好ましくは官能価が2~8、特に好ましくは2~4、数平均分子量が500~8,000、好ましくは800~5,000、特に好ましくは2,500~4,500、通常OH価が10~100、好ましくは20~60mg KOH/gである。

40

【0039】

特に成形高弾性軟質フォームの製造のための本発明の更に好適な実施形態では、自己触媒性ポリオールが使用される。

【0040】

特に粘弾性ポリウレタンフォームの製造のための本発明の更に好適な実施態様では、種

50

々の、好ましくは2又は3の多官能性ポリエステルアルコール及び/又はポリエーテルアルコールの混合物を使用することが好ましい。使用されるポリオールは、通常、好ましくはOH価が100~270mg KOH/gである高官能価の低分子量「架橋剤」ポリマー、及び/又は従来の高分子量軟質スラブストックフォームポリオール又はHRポリオール、及び/又は

のみを含む。酸化エチレンの割合が高く、かつセル開口特性を有する、好ましくはOH価が20~40mg KOH/gの「ハイパーソフト」ポリエーテルポリオールのみを含む。

【0041】

配合物の指数、すなわち、イソシアネート基とイソシアネート反応基（例えばOH基、NH基）との化学量論比に100を掛けた値として表されるイソシアネートとポリオールの好適な割合は、10~1,000、好ましくは40~350、より好ましくは70~140である。100の指数は1:1のモル反応基の比を表す。

10

【0042】

用途に応じて、本発明に従い、追加触媒が式(I)で表される発明性のある化合物に加えて使用されることが好ましい。

【0043】

「追加の触媒」という表現は、本発明の目的のために、イソシアネート反応を触媒することができ、及び/又はポリイソシアネート反応生成物、具体的にはポリウレタンフォームの製造において触媒、共触媒又は活性化剤として使用される、先行技術から公知の全ての化合物を包含する。

20

【0044】

本発明の目的に適する追加触媒には、例えば上記の反応の1つ、具体的には(ポリオールとイソシアネートとの)ゲル化反応、(イソシアネートと水との)発泡反応、及び/又はイソシアネートの二量化若しくは三量化を触媒する物質が含まれる。このような触媒は、好ましくは窒素化合物、特にアミン及びアンモニウム塩、並びに/又は金属化合物である。

【0045】

本発明の目的のための触媒として適切な追加の窒素含有化合物の例は、アミノトリエチルアミン、N,N-ジメチルシクロヘキシルアミン、N,N-ジシクロヘキシルメチルアミン、N,N-ジメチルアミノエチルアミン、N,N,N',N'-テトラメチルエチレン-1,2-ジアミン、N,N,N',N'-テトラメチルプロピレン-1,3-ジアミン、N,N,N',N'-テトラメチル-1,4-ブタンジアミン、N,N,N',N'-テトラメチル-1,6-ヘキサンジアミン、N,N,N',N'',N''-ペンタメチルジエチレントリアミン、N,N,N'-トリメチルアミノエチルエタノールアミン、N,N-ジメチルアミノプロピルアミン、N,N-ジエチルアミノプロピルアミン、1-(2-アミノエチル)ピロリジン、1-(3-アミノプロピル)ピロリジン、N,N-ジメチルアミノプロピル-N',N'-ジプロパン-2-オールアミン、2-[[3-(ジメチルアミノ)プロピル]メチルアミノ]エタノール、3-(2-ジメチルアミノ)エトキシプロピルアミン、N,N-ビス[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アミン、N,N,N',N'',N''-ペンタメチルジプロピレントリアミン、1-[ビス[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アミノ]-2-プロパノール、N,N-ビス[3-(ジメチルアミノ)プロピル]-N',N'-ジメチルプロパン-1,3-ジアミン、トリエチレンジアミン、1,4-ジアザビシクロ[2,2,2]オクタン-2-メタノール、N,N'-ジメチルピペラジン、1,2-ジメチルイミダゾール、N-(2-ヒドロキシプロピル)イミダゾール、1-イソブチル-2-メチルイミダゾール、N-(3-アミノプロピル)イミダゾール、N-メチルイミダゾール、N-エチルモルホリン、N-メチルモルホリン、2,2,4-トリメチル-2-シラモルホリン、N-エチル-2,2-ジメチル-2-シラモルホリン、N-(2-アミノエチル)モルホリン、N-(2-ヒドロキシエチル)モルホリン、ビス(2-モルホリノエチル)エーテル、N,N'-ジメチルピペラジン、N-(2-ヒドロキシエチル)ピペラジン、N-(2-アミノエチ

30

40

50

ル) ピペラジン、N, N - ジメチルベンジルアミン、N, N - ジメチルアミノエタノール、N, N - ジエチルアミノエタノール、1 - (2 - ヒドロキシエチル) ピロリジン、3 - ジメチルアミノ - 1 - プロパノール、1 - (3 - ヒドロキシプロピル) ピロリジン、N, N - ジメチルアミノエトキシエタノール、N, N - ジエチルアミノエトキシエタノール、ビス(2 - ジメチルアミノエチル) エーテル、N, N, N' - トリメチル - N' - (2 - ヒドロキシエチル) ビス(2 - アミノエチル) エーテル、N, N, N' - トリメチル - N - 3' - アミノプロピル(ビスアミノエチルエーテル)、トリス(ジメチルアミノプロピル) ヘキサヒドロ - 1, 3, 5 - トリアジン、1, 8 - ジアザビシクロ[5, 4, 0]ウンデカ - 7 - エン、1, 5 - ジアザビシクロ[4, 3, 0]ノン - 5 - エン、1, 5, 7 - トリアザビシクロ[4, 4, 0]デカ - 5 - エン、N - メチル - 1, 5, 7 - トリアザビシクロ[4, 4, 0]デカ - 5 - エン、1, 4, 6 - トリアザビシクロ[3, 3, 0]オクト - 4 - エン、1, 1, 3, 3 - テトラメチルグアニジン、tert - ブチル - 1, 1, 3, 3 - テトラメチルグアニジン、グアニジン、3 - ジメチルアミノプロピルウレア、1, 3 - ビス[3 - (ジメチルアミノ)プロピル]ウレア、ビス - N, N - (ジメチルアミノエトキシエチル) イソホロンジカルバメート、3 - ジメチルアミノ - N, N - ジメチルプロピオンアミド、及び2, 4, 6 - トリス(ジメチルアミノメチル)フェノールである。先行技術から公知の好適な追加の窒素含有触媒は、例えば、商品名TEGOAMIN(R)としてEvonik社から調達可能である。

【0046】

追加触媒として好適な金属含有化合物は、例えば、金属有機又は有機金属化合物、金属有機又は有機金属塩、有機金属塩、無機金属塩のみから成る群、並びに荷電又は非荷電金属含有配位化合物、具体的には金属キレート錯体のみから成る群から選択され得る。本願明細書において「金属有機又は有機金属化合物」という表現は、特に、金属オルガニル(例えばスズオルガニル)又は有機金属化合物(例えば有機スズ化合物)とも呼ばれる、直接炭素 - 金属結合を有する金属化合物の使用を包含する。本願明細書において「有機金属又は金属有機塩」という表現は、特に、塩特性を有する金属有機又は有機金属化合物、すなわち、アニオン又はカチオンのいずれかが本質的に有機金属であるイオン性化合物(例えば、有機スズ酸化物、有機スズ塩化物又は有機スズカルボン酸塩)の使用を包含する。本願明細書において「有機金属塩」という表現は、特に、直接炭素 - 金属結合を有さず、同時に金属塩である金属化合物の使用を包含し、アニオン又はカチオンのいずれかは有機化合物(例えばスズ(II)カルボン酸塩)である。本願明細書において「無機金属塩」という表現は、特に、アニオン又はカチオンのいずれも有機化合物ではない金属化合物又は金属塩(例えば金属塩化物(例えばスズ(II)塩化物)、純粋金属酸化物(例えばスズ酸化物)又は混合金属酸化物、すなわち複数の金属及び/又は金属ケイ酸塩若しくはアルミノケイ酸塩を含有するもの)の使用を包含する。本願明細書において「配位化合物」という表現は、特に、1以上の中心粒子と1以上のリガンドとから成る金属化合物の使用を包含し、前記中心粒子は、荷電又は非荷電金属(例えば、金属 - 又はスズ - アミン錯体)である。本発明の目的のために、「金属 - キレート錯体」という表現は、特に、金属中心に対し少なくとも2つの配位又は結合位置を有するリガンドをもつ金属含有配位化合物(例えば、金属 - 若しくはスズ - ポリアミン、又は金属 - 又はスズ - ポリエーテル錯体)の使用を包含する。本発明の目的のための追加触媒として上記のような好適な金属化合物は、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、スカンジウム、イットリウム、チタン、ジルコニウム、バナジウム、ニオブウム、クロミウム、モリブデン、タングステン、マンガン、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、水銀、アルミニウム、ガリウム、インジウム、ゲルマニウム、スズ、鉛、及び/又はビスマス、特にナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム、チタン、ジルコニウム、ジルコニウム、モリブデン、タングステン、亜鉛、アルミニウム、スズ、及び/又はビスマス、より好ましくはスズ、ビスマス、亜鉛、及び/又はカリウムから成る全ての金属化合物から選択される。

【0047】

10

20

30

40

50

好適な金属含有配位化合物には、例えば、ニッケル(II)アセチルアセトネート、亜鉛(II)アセチルアセトネート、銅(II)アセチルアセトネート、モリブデンジオキソアセチルアセトネート、等の任意の金属アセチルアセトネート、任意の鉄アセチルアセトネート、任意のコバルトアセチルアセトネート、任意のジルコニウムアセチルアセトネート、任意のチタンアセチルアセトネート、任意のビスマスアセチルアセトネート、及び任意のスズアセチルアセトネートが含まれる。

本発明の目的のための追加触媒として、具体的に上記に規定されるような特に好適な有機金属塩及び有機金属塩は、例えば、有機スズ、スズ、亜鉛、ビスマス及びカリウム塩、特に対応する金属カルボン酸塩、アルコキシド、チオレート及びメルカプトアセテート、例えばジブチルスズジアセテート、ジメチルスズジラウレート、ジブチルスズジラウレート(DBTDL)、ジオクチルスズジラウレート(DOTDL)、ジメチルスズジネオデカノエート、ジブチルスズジネオデカノエート、ジオクチルスズジネオデカノエート、ジブチルスズジオレエート、ジブチルスズビス-n-ラウリルメルカプチド、ジメチルスズビス-n-ラウリルメルカプチド、モノメチルスズトリス-2-エチルヘキシルメルカプトアセテート、ジメチルスズビス-2-エチルヘキシルメルカプトアセテート、ジブチルスズビス-2-エチルヘキシルメルカプトアセテート、ジオクチルスズビスイソオクチルメルカプトアセテート、スズ(II)アセテート、スズ(II)2-エチルヘキサノエート(スズ(II)オクトエート)、スズ(II)イソノナノエート(スズ(II)3,5,5-トリメチルヘキサノエート)、スズ(II)ネオデカノエート、スズ(II)リシノールエート、亜鉛(II)アセテート、亜鉛(II)2-エチルヘキサノエート(亜鉛(II)オクトエート)、亜鉛(II)イソノナノエート(亜鉛(II)3,5,5-トリメチルヘキサノエート)、亜鉛(II)ネオデカノエート、亜鉛(II)リシノールエート、ビスマスアセテート、ビスマス2-エチルヘキサノエート、ビスマスオクトエート、ビスマスイソノナノエート、ビスマスネオデカノエート、カリウムホルメート、カリウムアセテート、カリウム2-エチルヘキサノエート(カリウムオクトエート)、カリウムイソノナノエート、カリウムネオデカノエート、及び/又はカリウムリシノールエートである。好適な追加金属触媒は、通常又は好ましくは、厄介な固有臭がなく、本質的に毒物学的に安全であり、更に結果として生じるポリウレタン系、特にポリウレタンフォームの触媒関連放出物が最小レベルとなるように選択される。

【0048】

追加のアミン及び金属化合物の他に、追加触媒としてアンモニウム塩を使用することも可能である。好適な例は、アンモニウムホルメート及び/又はアンモニウムアセテートである。

【0049】

好適な追加触媒は、例えば、DE 102007046860、EP 1 985 642、EP 1 985 644、EP 1 977 825、US 2008/0234402、EP 0 656 382 B1、及びUS 2007/0282026 A1、並びにそこで引用される特許文献に記載されている。

【0050】

使用される追加触媒の好適な量は、触媒の種類によって導かれ、好ましくは0.01~10.0pphp、より好ましくは0.02~5.00pphp(=ポリオール100重量部当たりの重量部)であり、カリウム塩は0.10~10.0pphpである。

【0051】

式(I)で表される化合物は、例えば、適切な溶媒及び/又は更なる添加剤とともに使用され得る。任意の溶媒として、先行技術から公知の全ての適切な物質を使用することが可能である。用途に応じて、非プロトン性かつ非極性の溶媒、非プロトン性かつ極性の溶媒、及びプロトン性の溶媒を使用することが可能である。好適な非プロトン性かつ非極性の溶媒は、例えば、以下の物質類又は以下の官能基を有する物質類から選択され得る；芳香族炭化水素、脂肪族炭化水素(アルカン(パラフィン)及びオレフィン)、カルボン酸エステル及びポリエステル、(ポリ)エーテル、並びに/又は低極性のハロゲン化炭化水

10

20

30

40

50

素。

好適な非プロトン性かつ極性の溶媒は、例えば、以下の物質類又は以下の官能基を有する物質類から選択され得る；ケトン、ラクトン、ラクタム、ニトリル、カルボキサミド、スルホキシド、及び/又はスルホン。好適なプロトン性溶媒は、例えば、以下の物質類又は以下の官能基を有する物質類から選択され得る；アルコール、ポリオール、(ポリ)アルキレングリコール、アミン、カルボン酸、具体的には脂肪酸並びに/又は第一級及び第二級アミド。特に好適な溶媒は、発泡操作において問題なく処理され、かつフォーム特性に悪影響を及ぼさない化合物である。例えば、イソシアネート反応性化合物は、反応によりポリマーマトリックス中に組み込まれ、フォーム中で放出物を何ら生じさせないため適切である。例として、(ポリ)アルキレングリコール、好ましくはモノエチレングリコール (MEG又はEG)、ジエチレングリコール (DEG)、トリエチレングリコール (TEG)、1,2-プロピレングリコール (PG)、ジプロピレングリコール (DPG)、トリメチレングリコール (プロパン-1,3-ジオール、POD)、テトラメチレングリコール (ブタンジオール、BDO)、ブチルジグリコール (BDG)、ネオペンチルグリコール、2-メチルプロパン-1,3-ジオール (Ortegol CXT)、及びそれら的高级同族体、例えば平均分子量が200~3,000のポリエチレングリコール (PEG)等のOH官能性化合物が挙げられる。好適なOH官能性化合物は、平均分子量が200~4,500、特に400~2,000のポリエーテル、これらの中でも好ましくは水-、アシル-、ブチル-又はノニル開始ポリエーテル、具体的には酸化プロピレン (PO)及び/又は酸化エチレン (EO)ブロックを基質とするポリエーテルを更に含む。

【0052】

式(I)の化合物を使用する場合、又は式(I)の化合物と追加触媒とを予備混合した触媒混合物を、溶解した形態で又は溶媒と組み合わせて使用する場合、溶媒に対する全触媒の質量比は、好ましくは100:1~1:4、より好ましくは50:1~1:3、よりいっそう好ましくは25:1~1:2である。

【0053】

使用される任意の添加剤は、先行技術により公知の全ての物質であってよく、ポリウレタン、特にポリウレタンフォーム、例えば発泡剤、好ましくはCO₂を生成するための水、そして必要ならば更なる物理的発泡剤、架橋剤及び鎖延長剤、(酸化防止剤と呼ばれる)酸化分解に対する安定剤、難燃剤、界面活性剤、殺生物剤、セル精製剤、セルオープナー、固形充填剤、帯電防止添加剤、核剤、増粘剤、染料、顔料、着色ペースト、香料、乳化剤、緩衝物質、及び/又は追加触媒活性物質、特に上記で定義したようなものの製造に使用を見出し得る。

【0054】

水は、軟質ポリウレタンフォームの製造において一般に発泡剤として使用される。濃度が0.10~25.0pphp (pphp=ポリオール100重量部当たりの重量部)となるような量の水を使用することが好ましい。

【0055】

適切な物理的発泡剤を使用することも可能である。これらは、例えば、液化CO₂及び揮発性液体であり、例えば3、4又は5個の炭素原子を有する炭化水素、好ましくはシクロペンタン、イソペンタン及びn-ペンタン、メチルホルメート、アセトン及びジメトキシメタン、又は塩素化炭化水素等の酸素含有化合物、好ましくはジクロロメタン及び1,2-ジクロロエタンである。

【0056】

水と物理的発泡剤以外に、イソシアネートと反応してガス、例えばギ酸を発生させる他の化学発泡剤を使用することも可能である。

【0057】

任意の架橋剤及び任意の鎖延長剤は、イソシアネートに対して反応性である低分子量の多官能性化合物である。好適な化合物は、例えば、グリセロール、ネオペンチルグリコール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、トリエタノールアミン (TEOA)、ジエ

10

20

30

40

50

タノールアミン (DEOA) 及びトリメチロールプロパン等のヒドロキシル末端又はアミン末端物質である。使用濃度は、通常、ポリオール100部に対して0.1~5部であるが、配合物によってはそれから逸脱することもある。未精製MDIが現場発泡で使用される場合、これは同様に架橋機能を担う。従って、低分子量架橋剤の含量は、粗製MDI量の増加に応じて減少させることができる。

【0058】

酸化防止剤と呼ばれる、酸化分解に対する適切な任意の安定剤は、好ましくは全ての標準的な遊離ラジカル捕捉剤、過酸化物質捕捉剤、UV吸収剤、光安定剤、金属イオン汚染物質に対する錯化剤(金属不活性化剤)である。好ましくは存在するそれぞれの親分子上の置換基、具体的にはイソシアネートに対して反応性ある基を含有する置換基を有する、以下の物質類又は以下の官能基を含有する物質類の化合物：2-(2'-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-ヒドロキシベンゾフェノン、安息香酸及び安息香酸塩、フェノール、具体的には芳香族にtert-ブチル及び/又はメチル置換基を含む、フェノール、ベンゾフラノン、ジアリールアミン、トリアジン、2,2,6,6-テトラメチルピペリジン、ヒドロキシルアミン、アルキル及びアリールホスファイト、スルフィド、カルボン酸亜鉛、ジケトン、を使用することが好ましい。

10

【0059】

本願明細書において好適な任意の難燃剤は、先行技術により本目的に適するとされる全ての物質である。好適な難燃剤は、例えば、ハロゲンを含まない有機リン酸塩等の液体有機リン化合物、例えばリン酸トリエチル(TEP)、ハロゲン化リン酸、例えばトリス(1-クロロ-2-プロピル)ホスフェート(TCPP)及びトリス(2-クロロエチル)ホスフェート(TCEP)、及び有機ホスホン酸、例えばジメチルメタンホスホネート(DMMP)、ジメチルプロパンホスホネート(DMPP)又はポリリン酸アンモニウム(APP)及び赤リン等の固形物質である。好適な難燃剤には、更にハロゲン化合物、例えばハロゲン化ポリオール、そして膨張性グラファイト及びメラミン等の固形物質も含まれる。

20

【0060】

ポリウレタンフォームのフォーム特性は、特にシロキサン又は有機変性シロキサンを使用するその製造過程において任意に影響を受け得るため、先行技術で公知の物質を使用することが可能である。各フォーム型(硬質フォーム、熱硬化軟質フォーム、粘弾性フォーム、エステルフォーム、高反発性軟質フォーム(HRフォーム)、半硬質フォーム)に特に適する化合物を使用することが好ましい。好適な(有機変性)シロキサンは、例えば以下の文献：EP 0 839 852、EP 1 544 235、DE 1 020 040 014 08、EP 0 839 852、WO 2 005 / 1 186 68、US 2 007 / 0 072 951、DE 2 533 074、EP 1 537 159、EP 5 33 202、US 3 933 695、EP 0 780 414、DE 4 239 054、DE 4 229 402、EP 8 674 65に記載されている。これらの化合物は、先行技術に記載されているように調製することができる。好適な例は、例えば、US 4 144 7847、EP 0 493 836及びUS 4 855 379に記載されている。

30

【0061】

任意の(フォーム)安定剤として、先行技術から公知の全ての安定剤を使用することが可能である。ウレタンフォームの製造に一般に使用されるポリジアルキルシロキサンポリオキシアルキレンコポリマーを基質とするフォーム安定剤を使用することが好ましい。これらの化合物の構造は、例えば、酸化エチレンと酸化プロピレンの長鎖コポリマーが、ポリジメチルシロキサンラジカルに結合されるようなものであることが好ましい。ポリジアルキルシロキサンとポリエーテル部分との結合は、SiC結合又はSi-O-C結合を介してよい。構造的には、ポリエーテル又は異なるポリエーテルが、末端又は側方位置でポリジアルキルシロキサンに結合されていてもよい。アルキル基又は種々のアルキル基は、脂肪族、脂環式又は芳香族であり得る。メチル基が非常に好ましい。ポリジアルキルシロキサンは線状であってもよく、又は分岐を含んでいてもよい。好適な安定剤、特にフォー

40

50

ム安定剤は、とりわけ、US 2834748、US 2917480及びUS 3629308に記載されている。好適な安定剤は、TEGOSTAB(R)という商品名でEvonik Industries AG社から入手可能である。

【0062】

本発明において（特に本発明の用途において）、異なるキャリア媒体を有する組成物の一部として、シロキサンを使用してもよい。有用なキャリア媒体には、例えば、モノエチレングリコール（MEG）、ジエチレングリコール（DEG）、プロピレングリコール（PG）又はジプロピレングリコール（DPG）等のグリコール、合成及び/又は天然由来のアルコキシル化物又は油が含まれる。

【0063】

好ましくは、完成したポリウレタンフォーム中のシロキサンの質量割合が0.01~10重量%、好ましくは0.1~3重量%となるような量で、シロキサンを、ポリウレタンフォームを製造するための組成物に添加してよい。

【0064】

軟質ポリウレタンフォームの製造において、少なくとも1つの式（I）で表される発明性のある化合物と、少なくとも1つのポリオール成分と、任意に少なくとも1つのイソシアネート成分と、任意に1以上発泡剤とを含む組成物を製造及び/又は使用すること、並びにこの組成物を反応させることが好ましい。

軟質ポリウレタンフォーム、具体的にはこの型の熱硬化性、高反発弾性及び粘弾性フォームの製造に使用するための上記の材料又は成分を含む組成物を用いることが特に好ましい。

【0065】

式（I）の発明性のある化合物は、本発明の目的のために、対応する四級化及び/又はプロトン化化合物を明確に包含する。しかしながら、本発明によると、四級化又はプロトン化されていない式（I）の化合物を使用することが特に好ましい。式（I）の化合物の可能性のある四級化のために、四級化試薬として知られる任意の試薬を使用することが可能である。硫酸ジメチル、塩化メチル又は塩化ベンジル等のアルキル化剤、好ましくは硫酸ジメチル等のメチル化剤を、四級化剤として使用することが好ましい。四級化は同様に、酸化エチレン、酸化プロピレン又は酸化ブチレン等の酸化アルキレンを使用し、好ましくはその後無機又は有機酸を用いて中和して実施することができる。式（I）の化合物は、四級化されている場合、一箇所又は複数箇所四級化されていてよい。式（I）の化合物は、一箇所だけ四級化されていることが好ましい。一箇所だけ四級化されている場合、式（I）の化合物は、環、好ましくはピロリジン環の一部を成す窒素原子上で四級化されることが好ましい。式（I）の化合物は、有機又は無機酸との反応によって対応するプロトン化化合物に転化され得る。これらのプロトン化化合物は、例えば、ポリウレタン反応が遅い場合、又は使用中に反応混合物の流動挙動が高められる場合に好ましい。有機酸として、例えば、以下に挙げるすべての有機酸、例えば1~36個の炭素原子を有するカルボン酸（芳香族又は脂肪族、直鎖状又は分岐鎖状）、例えばギ酸、乳酸、2-エチルヘキサ酸、サリチル酸及びネオデカン酸、或いはポリアクリル酸又はポリメタクリル酸等のポリマー酸を使用することが可能である。無機酸としては、例えば、リン系酸、硫黄系酸、又はホウ素系酸を使用することが可能である。

【0066】

ポリオール成分から成るイソシアネート反応性基の総量に対する、式（I）の化合物及び追加のアミン触媒を含む窒素含有触媒の総量のモル比は、好ましくは $4 \times 10^{-4} : 1 \sim 0.2 : 1$ である。

【0067】

式（I）の窒素含有化合物は、ポリオール成分100部（pphp）に対し、0.01~20.0部（pphp）、好ましくは0.01~5.00部、特に好ましくは0.02~3.00部の質量割合に相当する量で使用されることが好ましい。

【0068】

10

20

30

40

50

本発明に係るポリウレタンフォームの製造は、当業者が精通している全ての方法、例えば手動混合法、又は好ましくは発泡機、特に低圧力若しくは高圧力発泡機を用いて行うことができる。その際、バッチプロセッサ又は連続プロセッサを使用することができる。

【0069】

ポリウレタンフォームの製造のために当業者に周知の全ての方法を使用することが可能である。例えば、発泡操作は、バッチ式プラント又は連続式プラントにおいて、水平方向又は垂直方向のいずれかで行うことができる。本発明で用いられる組成物は、CO₂技術にも同様に有用である。低圧及び高圧機械での使用が可能であり、処理される組成物は、混合室に直接計量供給されることができ、又は混合室に供給される前であっても混合室に入る成分の1つと混合することもできる。原料タンク内での混和も可能である。

10

【0070】

本発明の目的のための特に好適な軟質ポリウレタンフォームは、特に以下の組成を有する：

【0071】

成分	重量部 (pphp)
ポリオール	100
(アミン)触媒	0.05 ~ 5
スズ触媒	0 ~ 5、好ましくは0.001 ~ 2
カリウム触媒	0 ~ 10
シロキサン	0.1 ~ 15、好ましくは0.2 ~ 7
水	0以上25未満、好ましくは0.1 ~ 15
発泡剤	0 ~ 130
難燃剤	0 ~ 70
充填剤	0 ~ 150
更なる添加剤	0 ~ 20
イソシアネート指数	15より大きい

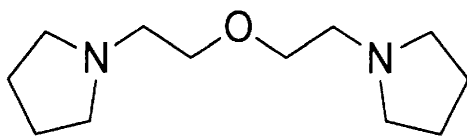
20

【0072】

本発明は更に、マットレス及び/又はクッション、特にマットレスでの軟質ポリウレタンフォームの使用を提供し、該軟質ポリウレタンフォームは、式(I)の化合物：

【0073】

【化3】



(I)

30

【0074】

の存在下での、少なくとも1種のポリオール成分と少なくとも1種のイソシアネート成分との反応により得られる。

40

【0075】

これに関して、特に上記で言及した事項を参照することができ、それは本主題にも適用可能である。

【0076】

本発明による使用は、耐老化性及び放出挙動が改善されたマットレス及び/又はクッションを提供することを可能にする。

【発明を実施するための形態】

【0077】

実施例

軟質ポリウレタンフォームの物性：

50

製造された該軟質ポリウレタンフォームを以下の物性により評価した：

a) 上昇段階が終了した後のフォームの戻り (= へたり)：発泡直後と発泡から3分後の泡高の違いから、へたり又は更なる立ち上がりが見られる。泡高については、センチメートル目盛りで固定されたニードルを用いて、フォームの頂点の真ん中の最大値を測定する。負値は、発泡後のフォームのへたりを表す；正値は、それに対応してフォームの更なる立ち上りを表す。

b) 泡高：最終的な泡高については、発泡後の泡高からへたり分を引くか、又は発泡後の泡高に更なる立ち上がり分を足すことにより測定する。

c) フォーム密度 (FD)：ASTM D 3574 - 11に記載されている通り、試験Aに基づき、コア密度を測ることにより測定を行う。

d) 気孔率：フォームのガス透過性をフォームの動圧計測により測定する。計測される動圧については水柱mmで報告し、動圧値が低い程、よりオープン性の高いフォームであることを表す。0 ~ 300 mmの範囲で該値を測定した。

窒素源、圧力計を備える減圧弁、流量調節弁、洗浄瓶、流量計、Tピース、アプリケーションノズル、及び満水を目盛りガラス管から成る器具を用いて、動圧を測定した。該アプリケーションノズルは、辺長100 x 100 mm、重さ800 g、放出口内径5 mm、下方アプリケーション用リング内径20 mm、下方アプリケーション用リング外径30 mmである。

減圧弁を用いて窒素導入圧を1バールにセットし、かつ流量を480 L / 時間にセットし、測定を行う。目盛りガラス管内の水量については、圧力差が増大せず、何も読み取ることができないようにセットする。大きさ250 x 250 x 50 mmの試験片を測定するために、該アプリケーションノズルを、(いずれの場合も側面の表面領域が最も大きい)試験片の角に設け、又1度その角と同一面の(大体)真ん中に設ける。一定の動圧が確立されてから結果を読み取る。

得られた5つの計測結果の平均を求め、評価を行う。

e) DIN EN ISO 3386 - 1 : 2015 - 10に準拠するCLD 40%での圧縮強度。測定値をキロパスカル (kPa) で報告する。

【0078】

試験室テストによる室温放出の測定 (PC)：

得られたフォームの放出量を、室温で、DIN法DIN EN ISO 16000 - 9 : 2008 - 04に基づく手順により測定した。サンプリングを24時間後に行った。このため、測定室雰囲気2 Lを流量100 mL / 分でTenax (R) TA (粒度35 / 60) が充填された吸着管に通した。ガスクロマトグラフ / 質量分析計 (GC - MS) による加熱脱離を行うための手順を以下に記載する。

【0079】

a) 測定技術：Agilent 7890 / 5975 GC / MSDシステムと共に、Gerstel Mulheim社製のオートサンプラーを備える加熱脱着装置 "TDS 2" を使用して加熱脱離を行った。

b) 測定条件を表1及び2に示す。

【0080】

10

20

30

【表 1】

表 1：試験室測定のための加熱脱離計測パラメータ

加熱脱離	Gerstel TDS 2	
脱離温度	280℃	
脱離時間	5分	
流量	65mL/分	
トランスファーライン温度	280℃	10
低温濃縮	KAS 4	
ライナー	シリル化ガラスウールを備えるガラス製蒸発管	
温度	150℃	

【0081】

【表 2】

表 2：試験室測定のためのガスクロマトグラフ/質量分析パラメータ

GC	キャピラリー-GC Agilent 7890	20
温度プログラム	-150℃ (1分); 280℃まで昇温 (10℃/秒)	
カラム	Agilent 19091B-15, Ultra 2, 50分*0.32mm, 膜厚0.5μm	
流量	1.3mL/分 (一定)	
温度プログラム	50℃ (2分); 92℃まで昇温 (3℃/分); 160℃まで昇温 (5℃/分); 280℃まで常温 (10℃/分); 20分	30
検出器	Agilent MSD 5975	
評価:	トルエン当量での算出による全イオン電流クロマトグラムの 評価	

【0082】

c) 較正のために、メタノールにトルエンとヘキサデカン (それぞれ 0.125 mg/mL) を溶解させた混合物 2 μL を、Tenax (R) TA (粒度 35/60) が充填された洗浄済の吸着管に導入し、計測した (脱離; 280 で 5 分)。

軟質フォーム - 泡立ちの実施例

実施例 1：軟質ポリウレタンフォーム (軟質スラブストックフォーム) の製造

表 3 に示されるフォームの配合を用いて、式 (I) で表される化合物の試験を行った。

【0083】

40

【表 3】

表 3：軟質スラブストックフォームの配合 1

配合 1	質量部 (pphp)
ポリオール 1 ¹⁾	100部
水	3.00部
スズ触媒 ²⁾	0.20部
アミン	0.20部
TEGOSTAB®BF 2370 ³⁾	0.80部
Desmodur®T 80 ⁴⁾	38.1部
(トリレンジイソシアネート T80)	

10

【0084】

¹⁾ ポリオール 1：OH価が 48 mg KOH / g のグリセロール系ポリエーテルポリオール

²⁾ Evonik Industries 社製 KOSMOS (R) 29 : 2 - ヘキサン酸エチルのスズ (II) 塩

³⁾ ポリエーテル変性ポリシロキサン

⁴⁾ Bayer 社製トリレンジイソシアネート T80 (2, 4 アイソマー (80%)、2, 6 アイソマー (20%)、3 mPa · s、NCO 48%、官能価 2

20

【0085】

泡立ち操作では、500 g のポリオールを使用した；それに応じて他の配合成分を調整した。例えば、成分 100 部とはポリオール 100 g につき物質 1.00 g を意味する。

【0086】

手動混合でフォームを製造した。様々なアミン触媒を用いて、表 3 の配合 1 を使用した。このため、ポリオール、従来の又は発明性のある窒素含有触媒 (アミン)、スズ触媒、水、及びフォーム安定剤をカップに導入し、1000 rpm で 60 秒混合した。イソシアネート (TDI) を添加した後、該反応性混合物を 2500 rpm で 7 秒間攪拌し、紙を敷いたボックス (底面 27 cm × 27 cm、高さ 27 cm) に素早く移し替えた。触媒特性を評価するために、以下の特徴的なパラメータを測定した；上昇時間、上昇高、及び上昇段階が終了した後のフォームの戻り (= へたり)。

30

【0087】

規定のフォーム主部を生成されたフォームブロックから切り取り、更に分析した。該検査サンプルについて以下の物性を測定した：フォーム密度 (FD)、気孔率 (= 透気度)、及び圧縮強度 (CLD 40%)

【0088】

式 (I) で表される発明性のある窒素含有化合物の触媒特性の評価結果、また生成された軟質スラブストックフォームの物性の評価結果を表 4 に示す。先行技術の比較用触媒として、ジプロピレングリコールに対トリエチレンジアミン 33 重量%の溶液 (Evonik Industries 社製 TEGOAMIN (R) 33)、2 - [2 - (ジメチルアミノ)エトキシ]エタノール (Evonik Industries 社製 TEGOAMIN (R) DME E)、及びジプロピレングリコールに対しビス (2 - ジメチルアミノエチル)エーテル 70 重量%の溶液 (Evonik Industries 社製 TEGOAMIN (R) BDE) を使用した。いずれの場合も、アミン 0.20 pphp (= ポリオール 100 重量部に対する重量部) を使用した。

40

【0089】

50

【表 4】

表 4 : 配合 1 (表 3) の泡立ち結果

アミン	上昇時間 [秒]	へたり [cm]	高さ [cm]	FD [kg/m ³]	気孔率 [mm] ¹⁾	圧縮強度 (CLD 40%) [kPa]
TEGOAMIN® 33	119	0.2	28.9	31.2	18	4.1
TEGOAMIN® DMEE	133	0.1	28.1	30.9	13	3.7
TEGOAMIN® BDE	92	0.5	28.3	30.8	10	3.4
配合 1	98	0.6	28.2	31.0	13	3.4

¹⁾ = (水柱ミリメートル単位の動圧)

【0090】

表 4 から分かるように、式 (I) の発明性のある化合物は、発泡反応に関し高い触媒活性と選択性を示しており、これは不安定な T E G O A M I N (R) 33 との比較から明らかである。発泡反応に関する触媒の高い選択活性は、T E G O A M I N (R) B D E とほぼ同等であり、T E G O A M I N (R) D M E E よりもかなり良好である。生成されたフ

【0091】

実施例 2 : 軟質スラブストックポリウレタンフォームからの放出

式 (I) の化合物のフォーム放出に対する影響を分析するために、低放出ポリオールと低放出スズ触媒を含む表 5 のフォーム配合を使用した。

【0092】

【表 5】

表 5 : 配合 2、軟質スラブストックフォームのフォーム放出

配合 2	質量部 (p p h p)
ポリオール 1 ¹⁾	100部
水	3.00部
スズ触媒 ²⁾	0.60部
アミン	0.15部
TEGOSTAB® BF 2370 ³⁾	0.80部
Desmodur® T 80 ⁴⁾ (トリエンジイソシアネート T80)	41.6部

【0093】

¹⁾ ポリオール 1 : OH 価が 56 mg KOH / g の低放出グリセロール系ポリエーテルポリオール

²⁾ Evonik Industries 社製 KOSMOS (R) EF : リシノール酸のスズ (II) 塩

³⁾ ポリエーテル変性ポリシロキサン

⁴⁾ Bayer 社製トリエンジイソシアネート T80 (2, 4 アイソマー (80%)、2, 6 アイソマー (20%)、3 mPa · s、NCO 48%、官能価 2

10

20

30

40

50

【0094】

泡立ち操作では、500gのポリオールを使用した；それに応じて他の配合成分を調整した。例えば、成分100部とはポリオール100gにつき物質1.00gを意味する。

【0095】

手動混合で泡立てを行った。様々なアミン触媒を含む表5の配合2を使用した。このため、低放出ポリオール、従来の又は発明性のある窒素含有触媒（アミン）、低放出スズ触媒、水、及びフォーム安定剤をカップに導入し、1000rpmで60秒混合した。イソシアネート（TDI）を添加した後、該反応性混合物を2500rpmで7秒間攪拌し、紙を敷いたボックス（底面27cm×27cm、高さ27cm）に素早く移し替えた。次いで、生成されたフォームをブローオフした後、空気を通さない方法でポリエチレンフィルムに密閉した。24時間硬化させた後、規定のフォームキューブ（7cm×7cm×7cm）を生成されたフォームブロックから切り取り、アルミホイルで完全に包み、更にポリエチレンフィルムで密閉した。

10

【0096】

次いで、上記の通り、DIN法DIN EN ISO 16000-9:2008-04に基づく試験室テストにより室温で前記フォームの放出特性を試験した。結果を表6に示す。

【0097】

【表6】

20

表6：配合2（表5）の軟質スラブストックフォームの放出量

試験室テストによる揮発性有機化合物含量		
アミン	TC _{tot} ¹⁾ [μg/m ³]	TC _{amine} ¹⁾ [μg/m ³]
TEGOAMIN® 33	93	61
TEGOAMIN® DMEE	27	< 10
TEGOAMIN® BDE	292	260
式(I)	< 20	< 10

30

【0098】

¹⁾ TC_{tot} = 総放出量；TC_{amine} = 試験室テストでの全揮発性アミン又はアミン成分の放出

【0099】

表6は、式(I)の化合物を使用する場合、TEGOAMIN(R) BDE又はTEGOAMIN(R) 33等の非反応性アミンと比較し、驚くべきことだがアミンの放出量を減少させることができ、かつTEGOAMIN(R) DMEE等の結合可能なVOC最適化アミンと同様の値が得られることを示している。特にTEGOAMIN(R) BDEの使用と比較し、著しくアミン放出量が減少された軟質ポリウレタンスラブストックフォームが、式(I)の化合物の代替的使用により製造され得る；この場合、アミン放出のない又は実質的にアミン放出のないフォームさえも製造可能である。加えて、表4（実施例1）から分かるように、式(I)の化合物を使用する場合、TEGOAMIN(R) DMEE等の反応性アミンと比較し、上昇時間を著しく短縮することができ、これは軟質スラブストックフォームを製造するための使用における重要なメリットを示している。従って、式(I)の化合物は、高活性かつ高発泡選択性の低放出アミン触媒を表している。

40

【0100】

実施例3：軟質ポリウレタンスラブストックフォームの老化

50

DIN規格DIN EN ISO 2440/A1:2009-01に準拠する老化テスト用の軟質スラブストックフォームを実施例1に類似の方法で配合1(表3)により製造した。老化方法として、140(オープン)で2時間の乾熱老化を選択した。DIN EN ISO 3386-1:2015-10に準拠してCLD40%での圧縮強度を算出するのに適したフォームキューブ(10cm×10cm×5cm)を試験片として用いた。最初に、比較目的で、同一フォームブロックの好適な試験片で老化前の圧縮強度を測定した。可能であれば、老化した試験片について同様に圧縮強度を測定した。先行技術の比較触媒として、低放出アミン触媒2-[2-(ジメチルアミノ)エトキシ]エタノール(Evonik Industries社製TEGOAMIN(R) DMEE)を使用した。結果を表7に示す。

10

【0101】

【表7】

表7：乾熱老化前後での軟質スラブストックフォームの圧縮強度変化

アミン	CLD40%	CLD40%
	老化前	老化後
	[kPa]	[kPa]
TEGOAMIN® DMEE	3.6	2.3
式(I)	3.5	3.4

20

【0102】

表7から、選択されたアミン触媒に関わらず、両試験片が乾熱老化前に同等の圧縮強度を有していることが分かる。式(I)の化合物を使用した場合、加熱老化後にも圧縮強度の著しい低下は見られなかった。低放出触媒は、一般的にフォームの老化特性の低下を招くため、これは予期せぬ結果であった。これは、老化後に圧縮強度の著しい低下が計測された低放出触媒TEGOAMIN(R) DMEEの例からも示されている。TEGOAMIN(R) DMEEの場合、選択された加熱老化によりフォーム構造が大幅に破壊される。これは、式(I)の化合物を使用する場合には観察されない。従って、式(I)の化合物は、耐老化性軟質ポリウレタンフォームを製造するための高活性かつ高発泡選択性の低放出アミン触媒を表している。

30

【0103】

本発明の有利な性質は、他のタイプのフォーム、例えば高弾性軟質フォーム(スラブストックかつ成形のフォーム)の場合でも確認される。

【0104】

発明性のある式(I)の化合物の調製

合成例1:

【0105】

【化4】



40

【0106】

【表 8】

化学薬品	CAS	供給者
2-クロロエチルエーテル (99%)	111-44-4	Sigma-Aldrich Chemie GmbH Munich
ピロリジン (99%超)	123-75-1	Sigma-Aldrich Chemie GmbH Munich

【0107】

2-クロロエチルエーテル 26.74 g (0.187 mol) を、スターラー、加熱可能ジャケット、圧力計、及び温度センサー、又不活性ガス注入口管を備える 250 mL 容量の実験室オートクレーブに充填し、ピロリジン 120.0 g (1.68 mol) と混合した。窒素により該実験室オートクレーブを不活性化にした後、該オートクレーブを、著しい圧力上昇が観察されることなく、12 時間ジャケット温度 60 で加熱した。次いで、20 ミリバール減圧し、不活性化のために未反応開始物質を取り除いた。該実験室オートクレーブを窒素でフラッシングし、反応性の残留物をダイアフラムポンプバキュームで精密蒸留した。該工程の最中に多量の未反応ピロリジンを除去した後、収率 56% に相当する該生成物 22.23 g を温度最大 161、圧力 15 ミリバールで目的のフラクションを得た。四級化副生成物を多量に含む該反応ボトムを、茶色の塩様の塊を得るために冷却して結晶化させた。目的のフラクションの ^{13}C -NMR 又 GC-MS 分析は予想と一致し、該生成物の生成が確認された。

10

20

フロントページの続き

(72)発明者 マルティン グロス

ドイツ連邦共和国 4 6 3 2 5 ボルケン レアルシューレシュトラーセ 9

(72)発明者 ミハエル クレープス

ドイツ連邦共和国 4 0 2 1 7 デュッセルドルフ クロンプリンツェンシュトラーセ 2 9

Fターム(参考) 3B096 AD07

4J034 BA03 DA01 DB05 DB07 DC50 DG02 DG08 HA01 HA07 HC12
HC61 HC71 JA01 KA01 KB02 KC17 KD02 KE02 NA03 QB01
QB15 QB19 QC01 QD03 RA03

【外国語明細書】

201600048

1

Ageing-resistant and low-emission mattresses and/or cushions

5 The present invention is in the field of mattresses and/or cushions, in particular mattresses, and also flexible polyurethane foams. It preferably relates to the provision of mattresses and/or cushions, in particular mattresses, which comprise at least one section composed of flexible polyurethane foam.

10 Mattresses and/or cushions containing polyurethane foam have long been known from the prior art and are employed worldwide. There has been no lack of attempts to improve such mattresses and/or cushions ever further, for example in order to make optimal sleeping comfort possible. The need for optimization has not been fully satisfied to the present day.

15 A constantly occurring problem in the field of mattresses and/or cushions containing polyurethane foam continues to be the ageing behaviour. During the ageing process, material fatigue can occur in mattresses and/or cushions. Here, for example, the hardness of the mattress and/or the cushion can change locally or distributed over the entire mattress. In most cases, a decrease in hardness is observed. This can result in formation of sleeping hollows or in hardness differences over the entire mattress. A poor mattress is not uncommonly the trigger for back problems, headaches or disturbed sleep.

20 The main cause of material fatigue is compression of the mattress and/or the cushion when it is laid on. Heat, moisture, UV radiation and also oxidation and degradation processes in the mattress material can likewise accelerate the process of material fatigue. This applies particularly to mattresses and/or cushions which contain flexible polyurethane foam. The heat resistance and/or ageing resistance of the polyurethane foams used when they are subjected to heat (heat ageing), in particular, still requires further improvement.

25 Tertiary amines are generally used as catalysts in the production of such flexible PU foams, in particular in order to catalyze the reaction between isocyanate and polyol and isocyanate and water. Such compounds can therefore be effectively regarded as essential additives for the production of flexible PU foams. However, many of these amine catalysts usually have an adverse effect on the ageing resistance of PU foams. A

30 further problem associated with mattresses and/or cushions containing polyurethane foam is the sometimes demanding requirements which the emission profile of these products has to meet. Amine emissions often make a major contribution to the total emission profile. In turn, the proportions of flexible polyurethane foam are in most cases responsible for the amine emissions of these mattresses and/or cushions containing polyurethane foam. It therefore remains a general challenge to produce low-emission and ageing-resistant

35 flexible polyurethane foams as constituents of mattresses and/or cushions containing polyurethane foam.

In the light of this background, a specific object of the present invention was to provide polyurethane foam-containing mattresses and/or cushions which have particularly low amine emissions and at the same time have a particularly good ageing resistance.

40

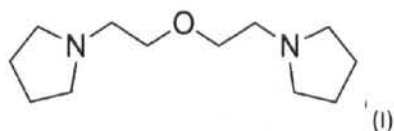
201600048

2

For the purposes of the present invention, "low-emission" in respect of amines means, in particular, that the flexible polyurethane foam for producing mattresses and/or cushions, preferably for producing mattresses, has an amine emission of from $\geq 0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ to $\leq 40 \mu\text{g}/\text{m}^3$, preferably $\leq 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$, particularly preferably $\leq 5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, determined appropriately by the test chamber method based on the DIN standard
5 DIN EN ISO 16000-9:2008-04, 24 hours after loading the test chamber.

For the purposes of the present invention, "ageing-resistant" means, in particular, an improvement in the ageing behaviour, in particular the heat resistance and/or ageing resistance on heating (heat ageing), of flexible polyurethane foams. Such ageing phenomena are often closely related to the choice of catalyst
10 system for production of the flexible polyurethane foams, and generally lead to material fatigue.

In the context of the present invention, it has surprisingly been found that this object can be achieved by the subject matter of the invention. The invention provides a mattress and/or cushion comprising at least one section of flexible polyurethane foam, wherein the flexible polyurethane foam has been obtained by
15 reaction of at least one polyol component and at least one isocyanate component in the presence of the compound of the formula (I)



and at least one blowing agent. Further customary additives, active materials and auxiliaries can naturally also optionally be used advantageously in the abovementioned reaction. Mattresses are very particularly
20 preferred for the purposes of the invention. This also advantageously applies to all preferred embodiments below.

The flexible polyurethane foam produced in this way using a compound of the formula (I) is advantageously particularly low in amine emissions and at the same time particularly ageing-resistant, as can be verified,
25 in particular, with the aid of the test methods as indicated in the examples. The heat resistance and/or durability of the corresponding flexible polyurethane foams can be advantageously improved when using the inventive nitrogen-containing compound of the formula (I) compared to flexible polyurethane foams produced using conventional catalysts according to the prior art. This positive effect can advantageously be observed in the case of, in particular, flexible polyurethane foams, preferably flexible slabstock foams,
30 in particular in the context of dry heat ageing in accordance with the DIN standard DIN EN ISO 2440/A1:2009-01, in particular at a temperature of 70, 100, 120, 125 and/or 140°C and an ageing time of 2, 4, 16, 22, 24, 48, 72 and/or 168 hours, preferably 2, 24 and/or 168 hours.

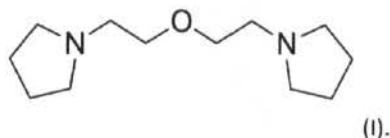
Mattresses per se and the production thereof are known. They usually consist of a mattress core, e.g. comprising foam, latex, natural products and/or a spring core, and a cover surrounding the mattress. A
35 corresponding situation applies to cushions. The statement that at least a section of flexible polyurethane foam is present in the mattress and/or in the cushion means that at least part of the mattress and/or of the cushion consists of flexible polyurethane foam or various flexible polyurethane foams. Based on the total weight of the mattress and/or of the cushion, this part can make up at least 1% by weight or 5% by weight

201600048

3

or 25% by weight, preferably at least 50% by weight, in particular at least 75% by weight. It is also possible for the mattress and/or the cushion to consist entirely of flexible polyurethane foam, apart from the cover.

The production of polyurethane foam is likewise known. It is formed by the tried and tested reaction of at least one polyol component and at least one isocyanate component in the presence of at least one blowing agent (e.g. water) in a polyaddition reaction. It is here essential to the present invention that this reaction is carried out in the presence of the compound of the formula (I)



The flexible polyurethane foam present in the mattress and/or the cushion is, according to a preferred embodiment of the invention, a hot-cured flexible polyurethane foam, a high-resilience flexible polyurethane foam or a viscoelastic flexible polyurethane foam, or use is made of a combination of these flexible foams, e.g. two or three of these flexible foams. The differentiation between the abovementioned flexible foam types is known per se to those skilled in the art; these are well-known technical terms which have become correspondingly established in the field, but will nevertheless be explained briefly here.

The critical difference between high-resilience flexible foam production and hot-cured flexible foam is that in the former case highly reactive polyols and optionally also low molecular weight crosslinkers are used, with the function of the crosslinkers also being able to be performed by relatively high-functionality isocyanates. Reaction of the isocyanate groups with the hydroxyl groups thus occurs as early as in the expansion phase (CO₂ formation from -NCO and H₂O) of the foam. This rapid polyurethane reaction usually leads, as a result of a viscosity increase, to a relatively high intrinsic stability of the foam during the blowing process. High-resilience flexible polyurethane foams are usually highly elastic foams in which the outer zone stabilization plays a great role. Owing to the high intrinsic stability, the cells are generally not sufficiently opened at the end of the foaming process and they have to be additionally broken open mechanically. The force required here ("force to crush" (FTC)) is a measure of the proportion of open cells. Foams having a high proportion of open cells which require only a low force to crush are usually desirable. In foaming in a mould, high-resilience flexible polyurethane foams are, in contrast to hot-cured flexible polyurethane foams, produced at a temperature of, for example, $\leq 90^{\circ}\text{C}$.

Open-cell flexible polyurethane foams usually have a gas permeability (also referred to as "porosity") in the range from 1 to 250 mm water column, in particular in the range from 1 to 50 mm water column (preferably determined by measuring the pressure difference when flow occurs through a foam specimen). For this purpose, a 5 cm thick foam disc is placed on a smooth base. A plate having a weight of 800 g (10 cm x 10 cm) and a central hole (diameter 2 cm) and a hose connection is placed on the foam plate. Through the central hole, a constant air stream of 8 l/min is passed into the foam specimen. The more closed the foam is, the more pressure is built up and the more the surface of the water column is forced downward and the greater the values that are measured.

201600048

4

Hot-cured flexible foams usually have, depending on the application, a foam density in the range from 8 to 80 kg/m³. High-resilience flexible foams, particularly for the production of high-quality mattresses, are usually produced in a density range of 25 – 80 kg/m³. Here, a distinction is made according to regional circumstances, requirements and preferences of consumers, in particular, when using such foams as
5 mattresses, mattress constituents and/or cushions.

A key feature of high-resilience flexible foams is the rebound resilience (also known as "ball rebound" (BR) or "resilience"). A method of determining the rebound resilience is described, for example, in DIN EN ISO 8307:2008-03. Here, a steel ball having a fixed mass is allowed to fall from a particular height onto the test
10 specimen and the height of the rebound in % of the drop height is then measured. Typical values for a high-resilience flexible foam are usually in the range of $\geq 55\%$. High-resilience flexible foams are thus also often referred to as HR foams. In comparison, hot-cured flexible polyurethane foams have rebound values of usually from 15% to a maximum of 60%.

15 A specific class of polyurethane foams is that of viscoelastic foams. These are also known by the name of "memory foam" and display both a low rebound resilience (preferably $< 10\%$) and also a slow, gradual recovery after compression (recovery time preferably 2-10 s). Materials of this kind are well known in the prior art and are highly valued for, in particular, their energy- and sound-absorbing properties. Typical viscoelastic foams usually have a low porosity and a high density (or a high foam density (FD)) compared
20 to conventional flexible polyurethane foams. Cushions have a foam density of usually 30-50 kg/m³ and are thus at the lower end of the density scale typical of viscoelastic foams, whereas mattresses usually have a density in the range of 60-130 kg/m³.

In conventional polyurethane foams, the hard (high glass transition temperature) and soft (low glass
25 transition temperature) phases become arranged next to one another during the polymerization and then spontaneously separate from one another to form morphologically different phases within the "bulk polymer". Such materials are also referred to as "phase-separated" materials. In this context, viscoelastic polyurethane foams are a special case where the above-described phase separation occurs only incompletely, if at all. The glass temperature in the case of viscoelastic foams is preferably in the range
30 from -20 to +15°C, while the glass transition temperature of hot-cured flexible polyurethane foams and high-resilience flexible polyurethane foams is in contrast usually below -35°C. Such "structural viscoelasticity" which is based mainly on the glass temperature of the polymer should be distinguished from viscoelasticity of polyurethane foams having (predominantly) open cells, which is attributable to a pneumatic effect. This is because, in the latter case, virtually closed cells, i.e. only slightly opened cells, are present within the
35 foam material. As a result of the small size of the orifices, the air flows back in only gradually after compression, which results in slowed recovery.

Various flexible polyurethane foams are classified not only according to the foam density but often also according to their compressive strength, also referred to as load-bearing capacity, for particular applications.
40 Thus, the compressive strength CLD (compression load deflection), 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of hot-cured flexible polyurethane foams is usually in the range of 2.0 – 8.0 kPa. High-

201600048

5

resilience flexible foams generally have values of from 2.0 to 5.0 kPa, in particular from 2.5 to 4.5 kPa, while viscoelastic polyurethane foams usually have values of 0.1-5.0 kPa, in particular 0.5 – 2.0 kPa.

5 In a preferred embodiment of the invention, the flexible polyurethane foams to be used according to the invention have the following preferred properties in respect of rebound resilience, foam density and/or porosity (optionally after pressing open the foams, particularly in the case of high-resilience flexible polyurethane foam), namely a rebound resilience of from 1 to 80%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 5 to 150 kg/m³ and/or a porosity of from 1 to 250 mm water column, in particular from 1 to 50 mm water column. Particular preference is given to all 3 criteria in
10 respect of rebound resilience, foam density and/or porosity, as indicated above, being satisfied. In particular, the flexible polyurethane foam used according to the invention has a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of from 0.1 to 8.0 kPa.

15 Hot-cured flexible polyurethane foam, high-resilience flexible polyurethane foam and viscoelastic flexible polyurethane foam and the production thereof are known per se. For the purposes of the present invention, hot-cured flexible polyurethane foam has, in particular, a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of 2.0 – 8.0 kPa and/or a rebound resilience of 15-60%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 8 to 80 kg/m³ and/or a porosity of from 1 to 250 mm water column, in particular from 1 to 50 mm water column. A possible production
20 method is described, for example, in EP 2 481 770 A2 or EP 2 182 020 A1. For the purposes of the present invention, high-resilience flexible polyurethane foam has, in particular, a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of 2.0 – 5.0 kPa, in particular 2.5 – 4.5 kPa, and/or a rebound resilience of \geq 55%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 25 to 80 kg/m³ and/or a porosity (after pressing open the foam) of from 1 to 250 mm water
25 column, in particular from 1 to 50 mm water column. A possible method of production is described, for example, in EP 1777252 B1. For the purposes of the present invention, viscoelastic flexible polyurethane foam has, in particular, a glass transition temperature in the range from -20 to +15°C and/or a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of 0.1 – 5.0 kPa, in particular 0.5 – 2.0 kPa, and/or a rebound resilience of $<$ 10%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03,
30 and/or a foam density of from 30 to 130 kg/m³ and/or a porosity (after pressing open the foam) of from 1 to 250 mm water column, in particular from 1 to 50 mm water column. A possible method of production is described, for example, in WO 2013/131710 A2. The glass transition temperature can be measured using dynamic mechanical analysis (DMA) (DIN 53513:1990-03) or using differential scanning calorimetry (DSC) (ISO 11357-2:2013). What is measured is strictly speaking a glass transition range which extends over a
35 temperature range.

The mattress of the invention has, in a preferred embodiment of the invention, a height of from at least 1 cm to not more than 50 cm and a width of from at least 20 cm to not more than 300 cm and a length of from at least 20 cm to not more than 300 cm. Preferred dimensions are, for example, heights in the range from
40 5 cm to 40 cm, widths in the range from 70 cm to 200 cm, lengths in the range from 150 cm to 220 cm. The cushion of the invention has, in a preferred embodiment of the invention, a height of from at least 1 cm to

201600048

6

not more than 40 cm and a width of from at least 15 cm to not more than 200 cm and a length of from at least 15 cm to not more than 200 cm. Preferred dimensions are, for example, heights in the range from 2 cm to 30 cm, widths in the range from 15 cm to 50 cm, lengths in the range from 15 cm to 50 cm.

5 In a further preferred embodiment of the invention, it is configured as a multizone mattress. The different zones differ in terms of, in particular, the respective hardness. Such multizone mattresses and the production thereof are known per se. They are widely sold commercially. In particular, the mattress has up to seven zones of differing hardness which extend over the longitudinal direction of the mattress and are given the appropriate width. When the mattress has various hardness zones distributed over its area, which
10 are formed, in particular, by cuts and/or hollow spaces in the mattress, this constitutes a further preferred embodiment of the invention.

In a further preferred embodiment of the invention, the mattress of the invention can be a high-resilience polyurethane foam mattress, a viscoelastic flexible polyurethane foam mattress, a hot-cured polyurethane
15 foam mattress, a polyurethane gel-foam mattress, a latex mattress or a box-spring mattress. These types of mattress are known per se to those skilled in the art and are also marketed worldwide under these names. Hot-cured foam mattresses are usually referred to on the market as foam mattresses in the interests of simplicity. The term mattress as used for the purposes of the invention also encompasses corresponding mattress coverings and underlays.

20 The provision of the various PUR foams which can be used in the context of the present invention is known per se and it is possible to make recourse to all proven processes, with the proviso that the PUR foam is produced in the presence of the compound of the formula (I). The production of corresponding PUR foams in principle requires no further explanation, but some preferred details of the production of the PUR foam
25 used for the purposes of the invention are given below. The subject-matter of the invention will be described by way of example below, without the invention being restricted to these illustrative embodiments. When ranges, general formulae or classes of compounds are specified below, these are intended to encompass not only the corresponding ranges or groups of compounds which are explicitly mentioned but also all subranges and subgroups of compounds which can be derived by leaving out individual values (ranges) or
30 compounds. When documents are cited in the context of the present description, the contents thereof, particularly with regard to the subject matter that forms the context in which the document has been cited, are considered in their entirety to form part of the disclosure content of the present invention. Unless stated otherwise, percentages are figures in per cent by weight. When average values are reported below, the values in question are weight averages, unless stated otherwise. When parameters which have been
35 determined by measurement are reported below, the measurements have been determined at a temperature of 25°C and a pressure of 101.325 Pa, unless stated otherwise.

For the purposes of the present invention, polyurethanes are all reaction products derived from isocyanates, in particular polyisocyanates, and appropriately isocyanate-reactive molecules. These include
40 polyisocyanurates, polyureas, and allophanate-, biuret-, uretdione-, uretonimine- or carbodiimide-containing isocyanate or polyisocyanate reaction products. It goes without saying that a person skilled in

201600048

7

the art seeking to produce the various flexible polyurethane foams, for example hot-cured, high-resilience or viscoelastic flexible polyurethane foams, can appropriately select the substances which are necessary for the purpose in each case, for example isocyanates, polyols, stabilizers, surfactants, etc., in order to obtain the desired type of polyurethane, in particular type of polyurethane foam. Further details of the starting materials, catalysts and auxiliaries and additives used can be found, for example, in

5 Kunststoffhandbuch [Plastics Handbook], volume 7, Polyurethane [Polyurethanes], Carl-Hanser-Verlag Munich, 1st edition 1966, 2nd edition 1983 and 3rd edition 1993. The compounds, components and additives which follow are mentioned merely by way of example and can be replaced and/or supplemented by other substances known to those skilled in the art.

10

The isocyanate components used are preferably one or more organic polyisocyanates having two or more isocyanate functions. Polyol components used are preferably one or more polyols having two or more isocyanate-reactive groups.

15

Isocyanates suitable as isocyanate components for the purposes of this invention are all isocyanates containing at least two isocyanate groups. Generally, it is possible to use all aliphatic, cycloaliphatic, arylaliphatic and preferably aromatic polyfunctional isocyanates known per se. Preferably, isocyanates are used within a range from 60 to 350 mol%, more preferably within a range from 60 to 140 mol%, relative to the sum total of the isocyanate-consuming components.

20

Specific examples are alkylene diisocyanates having 4 to 12 carbon atoms in the alkylene radical, e.g. dodecane 1,12-diisocyanate, 2-ethyltetramethylene 1,4-diisocyanate, 2-methylpentamethylene 1,5-diisocyanate, tetramethylene 1,4-diisocyanate and preferably hexamethylene 1,6-diisocyanate (HMDI), cycloaliphatic diisocyanates such as cyclohexane 1,3- and 1,4-diisocyanate and also any mixtures of these isomers, 1-isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexane (isophorone diisocyanate or IPDI for short), hexahydrotolylene 2,4- and 2,6-diisocyanate and also the corresponding isomer mixtures, and preferably aromatic diisocyanates and polyisocyanates, for example tolylene 2,4- and 2,6-diisocyanate (TDI) and the corresponding isomer mixtures, mixtures of diphenylmethane 2,4'- and 2,2'-diisocyanates (MDI) and polyphenylpolymethylene polyisocyanates (crude MDI) and mixtures of crude MDI and tolylene diisocyanates (TDI). The organic diisocyanates and polyisocyanates can be used individually or in the form of mixtures thereof.

25

It is also possible to use isocyanates which have been modified by the incorporation of urethane, uretdione, isocyanurate, allophanate and other groups, called modified isocyanates.

30

Particularly suitable organic polyisocyanates which are therefore particularly preferably employed are various isomers of tolylene diisocyanate (tolylene 2,4- and 2,6-diisocyanate (TDI), in pure form or as isomer mixtures of various composition), diphenylmethane 4,4'-diisocyanate (MDI), "crude MDI" or "polymeric MDI" (contains the 4,4' isomer and also the 2,4' and 2,2' isomers of MDI and products having more than two rings) and also the two-ring product which is referred to as "pure MDI" and is composed predominantly of 2,4' and 4,4' isomer mixtures, and prepolymers derived therefrom. Examples of particularly suitable

35

40

201600048

8

isocyanates are detailed, for example, in EP 1712578, EP 1161474, WO 00/58383, US 2007/0072951, EP 1678232 and WO 2005/085310, which are hereby fully incorporated by reference.

Polyols suitable as polyol component for the purposes of the present invention are all organic substances
5 having two or more isocyanate-reactive groups, preferably OH groups, and also formulations thereof. Preferred polyols are all polyether polyols and/or polyester polyols and/or hydroxyl-containing aliphatic polycarbonates which are customarily used for producing polyurethane systems, in particular polyurethane foams, in particular polyether polycarbonate polyols and/or filled polyols (polymer polyols) such as SAN, PHD and PIPA polyols which contain solid organic fillers up to a solids content of 40% or more in dispersed
10 form, and/or autocatalytic polyols which contain catalytically active functional groups, in particular amino groups, and/or polyols of natural origin, known as "natural oil-based polyols" (NOPs). The polyols usually have a functionality of from 1.8 to 8 and number average molecular weights in the range from 500 to 15 000. The polyols having OH numbers in the range from 10 to 1200 mg KOH/g are usually employed. The number average molecular weights are typically determined by gel permeation chromatography (GPC), especially
15 using polypropylene glycol as reference substance and tetrahydrofuran (THF) as eluent. The OH numbers can be determined, in particular, in accordance with the DIN standard DIN 53240:1971-12. Depending on the required properties of the resulting foams, it is possible to use appropriate polyols, as described for example in: US 2007/0072951 A1, WO 2007/111828, US 2007/0238800, US 6359022 or WO 96/12759. Further polyols are known to those skilled in the art and can be found, for example, in EP-A-0380993 or
20 US-A-3346557.

One preferred embodiment of the invention, in particular for production of moulded and high-resilience flexible foams, utilizes two- and/or three-functional polyether alcohols having primary hydroxyl groups, preferably above 50%, more preferably above 80%, in particular those having an ethylene oxide block at
25 the chain end. According to the required properties of this embodiment which is preferred in accordance with the invention, especially for production of the abovementioned foams, preference is given to using not only the polyether alcohols described here but also further polyether alcohols which bear primary hydroxyl groups and are based predominantly on ethylene oxide, in particular having a proportion of ethylene oxide blocks of > 70%, preferably > 90%. All polyether alcohols described in the context of this preferred
30 embodiment preferably have a functionality of from 2 to 8, particularly preferably from 2 to 5, number average molecular weights in the range from 2500 to 15 000, preferably from 4500 to 12 000, and usually OH numbers in the range from 5 to 80, preferably from 20 to 50 mg KOH/g.

A further preferred embodiment of the invention, in particular for production of flexible slabstock foam,
35 utilizes two- and/or three-functional polyether alcohols having secondary hydroxyl groups, preferably above 50%, more preferably above 90%, in particular those having a propylene oxide block or random propylene oxide and ethylene oxide block at the chain end, or those based exclusively on propylene oxide blocks. Such polyether alcohols preferably have a functionality of from 2 to 8, particularly preferably from 2 to 4, number average molecular weights in the range from 500 to 8000, preferably from 800 to 5000, particularly
40 preferably from 2500 to 4500, and usually OH numbers in the range from 10 to 100, preferably from 20 to 60 mg KOH/g.

201600048

9

In a further preferred embodiment of the invention, particularly for producing moulded and highly elastic flexible foams, autocatalytic polyols are used.

5 In a further preferred embodiment of the invention, especially for production of viscoelastic polyurethane foams, preference is given to using mixtures of various, preferably two or three, polyfunctional polyester alcohols and/or polyether alcohols. The polyol combinations used here usually consist of a low molecular weight "crosslinker" polymer having a high functionality, preferably having an OH number of from 100 to 270 mg KOH/g, and/or a conventional high molecular weight flexible slabstock foam polyol or HR polyol
10 and/or a "Hypersoft" polyether polyol, preferably having an OH number of from 20 to 40 mg KOH/g, with a high proportion of ethylene oxide and having cell-opening properties.

A preferred ratio of isocyanate and polyol, expressed as the index of the formulation, i.e. as stoichiometric ratio of isocyanate groups to isocyanate-reactive groups (e.g. OH groups, NH groups) multiplied by 100, is
15 in the range from 10 to 1000, preferably 40 to 350, more preferably 70 to 140. An index of 100 represents a molar reactive group ratio of 1:1.

Depending on the application, it can be preferred according to the invention for additional catalysts to be used in addition to the inventive compound of the formula (I).

20 The expression "additional catalysts" encompasses, for the purposes of the present invention, all compounds known from the prior art which are able to catalyze isocyanate reactions and/or are used as catalysts, cocatalysts or activators in the production of polyisocyanate reaction products, in particular polyurethane foams.

25 Suitable additional catalysts for the purposes of the present invention include, for example, substances that catalyse one of the abovementioned reactions, in particular the gelling reaction (isocyanate with polyol), the blowing reaction (isocyanate with water) and/or the dimerization or trimerization of the isocyanate. Such catalysts are preferably nitrogen compounds, especially amines and ammonium salts, and/or metal
30 compounds.

Examples of suitable additional nitrogen-containing compounds as catalysts for the purposes of the present invention are the amines triethylamine, N,N-dimethylcyclohexylamine, N,N-dicyclohexylmethylamine, N,N-dimethylaminoethylamine, N,N,N',N'-tetramethylethylene-1,2-diamine, N,N,N',N'-tetramethylpropylene-
35 1,3-diamine, N,N,N',N'-tetramethyl-1,4-butanediamine, N,N,N',N'-tetramethyl-1,6-hexanediamine, N,N,N',N''-pentamethyldiethylenetriamine, N,N,N'-trimethylaminoethylethanolamine, N,N-dimethylaminopropylamine, N,N-diethylaminopropylamine, 1-(2-aminoethyl)pyrrolidine, 1-(3-aminopropyl)pyrrolidine, N,N-dimethylaminopropyl-N',N'-dipropan-2-olamine, 2-[[3-(dimethylamino)propyl]methylamino]ethanol, 3-(2-dimethylamino)ethoxypropylamine, N,N-bis[3-
40 (dimethylamino)propyl]amine, N,N,N',N''-pentamethyldipropylenetriamine, 1-[bis[3-(dimethylamino)propyl]amino]-2-propanol, N,N-bis[3-(dimethylamino)propyl]-N',N'-dimethylpropane-1,3-

201600048

10

diamine, triethylenediamine, 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane-2-methanol, N,N'-dimethylpiperazine, 1,2-dimethylimidazole, N-(2-hydroxypropyl)imidazole, 1-isobutyl-2-methylimidazole, N-(3-aminopropyl)imidazole, N-methylimidazole, N-ethylmorpholine, N-methylmorpholine, 2,2,4-trimethyl-2-silamorpholine, N-ethyl-2,2-dimethyl-2-silamorpholine, N-(2-aminoethyl)morpholine, N-(2-hydroxyethyl)morpholine, bis(2-morpholinoethyl) ether, N,N'-dimethylpiperazine, N-(2-hydroxyethyl)piperazine, N-(2-aminoethyl)piperazine, N,N-dimethylbenzylamine, N,N-dimethylaminoethanol, N,N-diethylaminoethanol, 1-(2-hydroxyethyl)pyrrolidine, 3-dimethylamino-1-propanol, 1-(3-hydroxypropyl)pyrrolidine, N,N-dimethylaminoethoxyethanol, N,N-diethylaminoethoxyethanol, bis(2-dimethylaminoethyl) ether, N,N,N'-trimethyl-N'-(2-hydroxyethyl)bis(2-aminoethyl) ether, N,N,N'-trimethyl-N-3'-aminopropyl(bisaminoethyl ether), tris(dimethylaminopropyl)hexahydro-1,3,5-triazine, 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-ene, 1,5-diazabicyclo[4.3.0]non-5-ene, 1,5,7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-ene, N-methyl-1,5,7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-ene, 1,4,6-triazabicyclo[3.3.0]oct-4-ene, 1,1,3,3-tetramethylguanidine, tert-butyl-1,1,3,3-tetramethylguanidine, guanidine, 3-dimethylaminopropylurea, 1,3-bis[3-(dimethylamino)propyl]urea, bis-N,N-(dimethylaminoethoxyethyl)isophorone dicarbamate, 3-dimethylamino-N,N-dimethylpropionamide and 2,4,6-tris(dimethylaminomethyl)phenol. Suitable additional nitrogen-containing catalysts known from the prior art can be procured, for example, from Evonik under the trade name TEGOAMIN®.

Suitable metal-containing compounds as additional catalysts can, for example, be selected from the group consisting of metal-organic or organometallic compounds, metal-organic or organometallic salts, organic metal salts, inorganic metal salts and from the group consisting of charged or uncharged metal-containing coordination compounds, in particular metal chelate complexes. The expression "metal-organic or organometallic compounds" in the context of this invention especially encompasses the use of metal compounds having a direct carbon-metal bond, also referred to here as metal organyls (e.g. tin organyls) or organometallic compounds (e.g. organotin compounds). The expression "organometallic or metal-organic salts" in the context of this invention especially encompasses the use of metal-organic or organometallic compounds having salt character, i.e. ionic compounds in which either the anion or cation is organometallic in nature (e.g. organotin oxides, organotin chlorides or organotin carboxylates). The expression "organic metal salts" in the context of this invention especially encompasses the use of metal compounds which do not have any direct carbon-metal bond and are simultaneously metal salts, in which either the anion or the cation is an organic compound (e.g. tin(II) carboxylates). The expression "inorganic metal salts" in the context of this invention especially encompasses the use of metal compounds or of metal salts in which neither the anion nor the cation is an organic compound, e.g. metal chlorides (e.g. tin(II) chloride), pure metal oxides (e.g. tin oxides) or mixed metal oxides, i.e. containing a plurality of metals, and/or metal silicates or aluminosilicates. The expression "coordination compound" in the context of this invention especially encompasses the use of metal compounds made up of one or more central particles and one or more ligands, with the central particles being charged or uncharged metals (e.g. metal- or tin-amine complexes). For the purposes of the present invention, the expression "metal-chelate complexes" encompasses especially the use of metal-containing coordination compounds which have ligands having at least two coordination or bonding positions to the metal centre (e.g. metal- or tin-polyamine or metal- or tin-polyether complexes). Suitable metal compounds, especially as defined above, as additional catalysts

201600048

11

for the purposes of the present invention may, for example, be selected from all metal compounds containing lithium, sodium, potassium, magnesium, calcium, scandium, yttrium, titanium, zirconium, vanadium, niobium, chromium, molybdenum, tungsten, manganese, cobalt, nickel, copper, zinc, mercury, aluminium, gallium, indium, germanium, tin, lead and/or bismuth, especially sodium, potassium, 5 magnesium, calcium, titanium, zirconium, molybdenum, tungsten, zinc, aluminium, tin and/or bismuth, more preferably tin, bismuth, zinc and/or potassium.

Suitable metal-containing coordination compounds include, for example, any metal acetylacetonates such as nickel(II) acetylacetonate, zinc(II) acetylacetonate, copper(II) acetylacetonate, molybdenum 10 dioxoacetylacetonate, any iron acetylacetonates, any cobalt acetylacetonates, any zirconium acetylacetonates, any titanium acetylacetonates, any bismuth acetylacetonates and any tin acetylacetonates. Particularly suitable organometallic salts and organic metal salts, particularly as defined above, as additional catalysts for the purposes of the present invention, are, for example, organotin, tin, zinc, bismuth and potassium salts, especially corresponding metal carboxylates, alkoxides, thiolates and 15 mercaptoacetates, for example dibutyltin diacetate, dimethyltin dilaurate, dibutyltin dilaurate (DBTDL), dioctyltin dilaurate (DOTDL), dimethyltin dineodecanoate, dibutyltin dineodecanoate, dioctyltin dineodecanoate, dibutyltin dioleate, dibutyltin bis-n-laurylmercaptide, dimethyltin bis-n-laurylmercaptide, monomethyltin tris-2-ethylhexylmercaptoacetate, dimethyltin bis-2-ethylhexylmercaptoacetate, dibutyltin bis-2-ethylhexylmercaptoacetate, dioctyltin bisisooctylmercaptoacetate, tin(II) acetate, tin(II) 2-ethylhexanoate (tin(II) octoate), tin(II) isononanoate (tin(II) 3,5,5-trimethylhexanoate), tin(II) neodecanoate, 20 tin(II) ricinoleate, zinc(II) acetate, zinc(II) 2-ethylhexanoate (zinc(II) octoate), zinc(II) isononanoate (zinc(II) 3,5,5-trimethylhexanoate), zinc(II) neodecanoate, zinc(II) ricinoleate, bismuth acetate, bismuth 2-ethylhexanoate, bismuth octoate, bismuth isononanoate, bismuth neodecanoate, potassium formate, potassium acetate, potassium 2-ethylhexanoate (potassium octoate), potassium isononanoate, potassium 25 neodecanoate and/or potassium ricinoleate. Suitable additional metallic catalysts are generally and preferably selected such that they do not have any troublesome intrinsic odour and are essentially toxicologically safe, and such that the resulting polyurethane systems, especially polyurethane foams, have a minimum level of catalyst-related emissions.

30 Apart from additional amines and metal compounds, it is also possible to use ammonium salts as additional catalysts. Suitable examples are ammonium formate and/or ammonium acetate.

Suitable additional catalysts are mentioned, for example, in DE 102007046860, EP 1985642, EP 1985644, EP 1977825, US 2008/0234402, EP 0656382 B1 and US 2007/0282026 A1, and the patent documents 35 cited therein.

Suitable amounts of additional catalysts used are guided by the type of catalyst and are preferably in the range from 0.01 to 10.0 pphp, more preferably in the range from 0.02 to 5.00 pphp (= parts by weight based on 100 parts by weight of polyol) or 0.10 to 10.0 pphp for potassium salts.

40

201600048

12

The compound of the formula (I) can, for example, be used together with suitable solvents and/or further additives. As optional solvents, it is possible to employ all suitable substances known from the prior art. Depending on the application, it is possible to use aprotic nonpolar, aprotic polar and protic solvents. Suitable aprotic nonpolar solvents can, for example, be selected from the following classes of substances, or classes of substances containing the following functional groups: aromatic hydrocarbons, aliphatic hydrocarbons (alkanes (paraffins) and olefins), carboxylic esters and polyesters, (poly)ethers and/or halogenated hydrocarbons having a low polarity. Suitable aprotic polar solvents can, for example, be selected from the following classes of substances, or classes of substances containing the following functional groups: ketones, lactones, lactams, nitriles, carboxamides, sulphoxides and/or sulphones. Suitable protic solvents can, for example, be selected from the following classes of substances, or classes of substances containing the following functional groups: alcohols, polyols, (poly)alkylene glycols, amines, carboxylic acids, in particular fatty acids and/or primary and secondary amides. Particularly preferred solvents are compounds which can be processed without any problem in the foaming operation and do not adversely affect the properties of the foam. For example, isocyanate-reactive compounds are suitable, since they are incorporated into the polymer matrix by reaction and do not generate any emissions in the foam. Examples are OH-functional compounds such as (poly)alkylene glycols, preferably monoethylene glycol (MEG or EG), diethylene glycol (DEG), triethylene glycol (TEG), 1,2-propylene glycol (PG), dipropylene glycol (DPG), trimethylene glycol (propane-1,3-diol, PDO), tetramethylene glycol (butanediol, BDO), butyl diglycol (BDG), neopentyl glycol, 2-methylpropane-1,3-diol (Ortegol CXT) and higher homologues thereof, for example polyethylene glycol (PEG) having average molecular masses between 200 and 3000. Particularly preferred OH-functional compounds further include polyethers having average molecular masses of 200 to 4500, in particular 400 to 2000, among these preferably water-, allyl-, butyl- or nonyl-initiated polyethers, in particular those which are based on propylene oxide (PO) and/or ethylene oxide (EO) blocks.

When the compound of the formula (I) is used, or premixed catalyst combinations of the compound of the formula (I) with additional catalysts are used, in dissolved form or used in combination with a solvent, the mass ratio of the sum total of all catalysts to solvent is preferably in the range from 100:1 to 1:4, preferably from 50:1 to 1:3 and more preferably from 25:1 to 1:2.

Optional additives used may be all substances which are known according to the prior art and find use in the production of polyurethanes, especially of polyurethane foams, for example blowing agents, preferably water for formation of CO₂, and, if necessary, further physical blowing agents, crosslinkers and chain extenders, stabilizers against oxidative degradation (called antioxidants), flame retardants, surfactants, biocides, cell-refining additives, cell openers, solid fillers, antistatic additives, nucleating agents, thickeners, dyes, pigments, colour pastes, fragrances, emulsifiers, buffer substances and/or additional catalytically active substances, especially as defined above.

Water is generally used as blowing agent in the production of flexible polyurethane foams. Preference is given to using such an amount of water that the water concentration is from 0.10 to 25.0 pphp (pphp = parts by weight based on 100 parts by weight of polyol).

201600048

13

It is also possible to use suitable physical blowing agents. These are, for example, liquefied CO₂ and volatile liquids, for example hydrocarbons having 3, 4 or 5 carbon atoms, preferably cyclopentane, isopentane and n-pentane, oxygen-containing compounds such as methyl formate, acetone and
5 dimethoxymethane, or chlorinated hydrocarbons, preferably dichloromethane and 1,2-dichloroethane.

Apart from water and the physical blowing agents, it is also possible to use other chemical blowing agents which react with isocyanates to evolve a gas, for example formic acid.

10 Optional crosslinkers and optional chain extenders are low molecular weight, polyfunctional compounds which are reactive toward isocyanates. Suitable compounds are, for example, hydroxyl- or amine-terminated substances such as glycerol, neopentyl glycol, 2-methyl-1,3-propanediol, triethanolamine (TEOA), diethanolamine (DEOA) and trimethylolpropane. The use concentration is usually in the range
15 from 0.1 to 5 parts, based on 100 parts of polyol, but can also deviate therefrom depending on the formulation. When crude MDI is used in in-situ foaming, it likewise assumes a crosslinking function. The content of low molecular weight crosslinkers can therefore be reduced correspondingly with an increasing amount of crude MDI.

Suitable optional stabilizers against oxidative degradation, called antioxidants, are preferably all standard
20 free-radical scavengers, peroxide scavengers, UV absorbers, light stabilizers, complexing agents for metal ion contaminants (metal deactivators). Preference is given to using compounds of the following classes of substances, or classes of substances containing the following functional groups, with substituents on the respective parent molecules preferably being, in particular, substituents which have groups which are reactive toward isocyanate: 2-(2'-hydroxyphenyl)benzotriazoles, 2-hydroxybenzophenones, benzoic acids
25 and benzoates, phenols, in particular comprising tert-butyl and/or methyl substituents on the aromatic entity, benzofuranones, diarylamines, triazines, 2,2,6,6-tetramethylpiperidines, hydroxylamines, alkyl and aryl phosphites, sulphides, zinc carboxylates, diketones.

Suitable optional flame retardants in the context of this invention are all substances which are regarded as
30 suitable for this purpose according to the prior art. Preferred flame retardants are, for example, liquid organophosphorus compounds such as halogen-free organophosphates, e.g. triethyl phosphate (TEP), halogenated phosphates, for example tris(1-chloro-2-propyl) phosphate (TCPP) and tris(2-chloroethyl) phosphate (TCEP), and organic phosphonates, for example dimethyl methanephosphonate (DMMP), dimethyl propanephosphonate (DMPP), or solids such as ammonium polyphosphate (APP) and red
35 phosphorus. Suitable flame retardants further include halogenated compounds, for example halogenated polyols, and also solids such as expandable graphite and melamine.

The foam properties of polyurethane foams can optionally be influenced in the course of production thereof using, in particular, siloxanes or organomodified siloxanes, for which it is possible to use the substances
40 known in the prior art. Preference is given to using compounds which are particularly suitable for the respective foam types (rigid foams, hot-cured flexible foams, viscoelastic foams, ester foams, high-

201600048

14

resilience flexible foams (HR foams), semirigid foams). Suitable (organomodified) siloxanes are described for example in the following documents: EP 0839852, EP 1544235, DE 102004001408, EP 0839852, WO 2005/118668, US 20070072951, DE 2533074, EP 1537159, EP 533202, US 3933695, EP 0780414, DE 4239054, DE 4229402, EP 867465. These compounds may be prepared as described in the prior art.

5 Suitable examples are described, for instance, in US 4147847, EP 0493836 and US 4855379.

As optional (foam) stabilizers, it is possible to use all stabilizers known from the prior art. Preference is given to using foam stabilizers based on polydialkylsiloxane-polyoxyalkylene copolymers, as generally used in the production of urethane foams. The structure of these compounds is preferably such that, for example,
10 a long-chain copolymer of ethylene oxide and propylene oxide is bonded to a polydimethylsiloxane radical. The linkage between the polydialkylsiloxane and the polyether moiety may be via an SiC linkage or an Si-O-C bond. In structural terms, the polyether or the different polyethers may be bonded to the polydialkylsiloxane in terminal or lateral positions. The alkyl radical or the various alkyl radicals can here be aliphatic, cycloaliphatic or aromatic. Methyl groups are very particularly advantageous. The
15 polydialkylsiloxane may be linear or else contain branches. Suitable stabilizers, especially foam stabilizers, are described inter alia in US 2834748, US2917480 and in US3629308. Suitable stabilizers can be purchased from Evonik Industries AG under the TEGOSTAB® trade name.

The siloxanes may also be used, in the context of the present invention (especially in the context of the
20 inventive use), as part of compositions with different carrier media. Useful carrier media include, for example, glycols, for example monoethylene glycol (MEG), diethylene glycol (DEG), propylene glycol (PG) or dipropylene glycol (DPG), alkoxyates or oils of synthetic and/or natural origin.

The siloxanes may preferably be added to the composition for producing polyurethane foams in such an
25 amount that the proportion by mass of the siloxanes in the finished polyurethane foam is from 0.01 to 10% by weight, preferably from 0.1 to 3% by weight.

It can be advantageous in the production of the flexible polyurethane foam to produce and/or use a composition which comprises at least one inventive compound of the formula (I), at least one polyol
30 component, optionally at least one isocyanate component and optionally one or more blowing agents and to react this composition. Particular preference is given to using compositions which comprise the materials or components which have been described above for use in producing flexible polyurethane foams, in particular hot-cured, high-resilience and viscoelastic foams of this type.

35 The inventive compound of the formula (I) expressly encompasses, for the purposes of the present invention, the corresponding quaternized and/or protonated compounds. However, the use of the compound of the formula (I) which has not been quaternized or protonated is particularly preferred according to the present invention. For possible quaternization of the compound of the formula (I), it is possible to use any reagents known as quaternizing reagents. Preference is given to using alkylating agents
40 such as dimethyl sulphate, methyl chloride or benzyl chloride, preferably methylating agents such as, in particular, dimethyl sulphate, as quaternizing agents. Quaternization can likewise be carried out using

201600048

15

alkylene oxides, such as ethylene oxide, propylene oxide or butylene oxide, preferably with subsequent neutralization using inorganic or organic acids. The compounds of the formula (I), if quaternized, may be singly or multiply quaternized. Preferably, the compound of the formula (I) is only singly quaternized. In the case of single quaternization, the compound of the formula (I) is preferably quaternized on a nitrogen atom
 5 which is part of a ring, preferably a pyrrolidine ring. The compound of the formula (I) can be converted into the corresponding protonated compound by reaction with organic or inorganic acids. These protonated compounds may be preferable, for example, when, for example, a slowed polyurethane reaction is to be achieved or when the reaction mixture is to have enhanced flow behaviour in use. As organic acids, it is possible to use, for example, all organic acids mentioned below, for example carboxylic acids having from
 10 1 to 36 carbon atoms (aromatic or aliphatic, linear or branched), for example formic acid, lactic acid, 2-ethylhexanoic acid, salicylic acid and neodecanoic acid, or else polymeric acids such as polyacrylic or polymethacrylic acids. As inorganic acids, it is possible to use, for example, phosphorus-based acids, sulphur-based acids or boron-based acids.

15 The molar ratio of the total amount of the nitrogen-containing catalysts, comprising the compound of the formula (I) and also additional amine catalysts, to the total amount of the isocyanate-reactive groups of the polyol component is preferably from 4×10^{-4} :1 to 0.2:1.

The nitrogen-containing compound of the formula (I) is preferably used in a total amount corresponding to
 20 a proportion by mass of from 0.01 to 20.0 parts (pphp), preferably from 0.01 to 5.00 parts and particularly preferably from 0.02 to 3.00 parts, based on 100 parts (pphp) of polyol component.

The production of the polyurethane foams according to the invention can be carried out by all methods with which a person skilled in the art is familiar, for example in manual mixing processes or preferably with the
 25 aid of foaming machines, in particular low-pressure or high-pressure foaming machines. Batch processors or continuous processors can be used here.

It is possible to use all processes known to those skilled in the art for production of polyurethane foams. For example, the foaming operation can be effected either in the horizontal or in the vertical direction, in
 30 batchwise plants or continuous plants. The compositions employed according to the present invention are similarly useful for CO₂ technology. Use in low-pressure and high-pressure machines is possible, with the compositions to be processed being able to be metered directly into the mixing chamber or be admixed even before the mixing chamber with one of the components which then go into the mixing chamber. Admixture in the raw material tank is also possible.

35 A very particularly preferred flexible polyurethane foam for the purpose of the present invention has, in particular, the following composition:

Component	Parts by weight (pphp)
40 Polyol	100
(Amine) catalyst	0.05 to 5

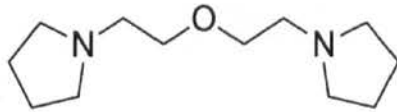
201600048

16

	Tin catalyst	0 to 5, preferably from 0.001 to 2
	Potassium catalyst	0 to 10
	Siloxane	0.1 to 15, preferably from 0.2 to 7
	Water	0 to < 25, preferably from 0.1 to 15
5	Blowing agent	0 to 130
	Flame retardant	0 to 70
	Fillers	0 to 150
	Further additives	0 to 20
	Isocyanate index:	greater than 15

10

The present invention further provides for the use of flexible polyurethane foams in mattresses and/or cushions, in particular mattresses, wherein the flexible polyurethane foam has been obtained by reaction of at least one polyol component and at least one isocyanate component in the presence of the compound of the formula (I)



15

(I).

In this respect, reference may be made, in particular, to what has been said above, which is also applicable to this subject matter.

The use according to the invention makes it possible to provide mattresses and/or cushions having improved ageing resistance and improved emission behaviour.

20

201600048

17

Examples

Physical properties of the flexible polyurethane foams:

The flexible polyurethane foams produced were assessed by means of the following physical properties:

5

a) dropping back of the foam after the end of the rise phase (= settling): The settling, or the further rise, is found from the difference of the foam height after direct blow-off and after 3 minutes after foam blow-off. The foam height is measured at the maximum in the middle of the foam crest by means of a needle secured to a centimetre scale. A negative value here describes the settling of the foam after blow-off; a positive value correspondingly describes the further rise of the foam.

10

b) Foam height: The final height of the foam is determined by subtracting the settling from or adding the further rise to the foam height after blow-off. Foam height is reported in centimetres (cm).

15

c) Foam density (FD): The determination is effected, as described in ASTM D 3574 – 11 under Test A, by measuring the core density. Foam density is reported in kg/m³.

20

d) Porosity: The gas permeability of the foam was determined by dynamic pressure measurement on the foam. The dynamic pressure measured is reported in mm water column, and lower dynamic pressure values characterize a more open foam. The values were measured in the range from 0 to 300 mm.

The dynamic pressure was measured by means of an apparatus comprising a nitrogen source, reducing valve with pressure gauge, flow regulating screw, wash bottle, flow meter, T-piece, applicator nozzle and a graduated glass tube filled with water. The applicator nozzle has an edge length of 100 x 100 mm, a weight of 800 g, an internal diameter of the outlet opening of 5 mm, an internal diameter of the lower applicator ring of 20 mm and an external diameter of the lower applicator ring of 30 mm.

25

The measurement is carried out by setting the nitrogen admission pressure to 1 bar by means of the reducing valve and setting the flow rate to 480 l/h. The amount of water in the graduated glass tube is set so that no pressure difference is built up and none can be read off. For the measurement on the test specimen having dimensions of 250 x 250 x 50 mm, the applicator nozzle is laid onto the corners of the test specimen, flush with the edges, and also once onto the (estimated) middle of the test specimen (in each case on the side having the greatest surface area). The result is read off when a constant dynamic pressure has been established.

30

Evaluation is effected by forming the average of the five measurements obtained.

35

e) Compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10. The measured values are reported in kilopascals (kPa).

201600048

18

Determination of the room temperature emission by the test chamber test (PC):

The emission, in particular the catalysis-related emissions or their decomposition or reaction products, of the foams obtained was determined at room temperature by a procedure based on the DIN method DIN EN ISO 16000-9:2008-04. Sampling took place after 24 hours. For this purpose, 2 litres of the test chamber atmosphere were passed at a flow rate of 100 ml/min through an adsorption tube packed with Tenax® TA (mesh 35/60). The procedure for carrying out the thermal desorption with subsequent coupled gas chromatography/mass spectrometry (GC-MS) is described below.

- 5
- 10 a) Measurement technique: The thermal desorption was carried out using a "TDS2" thermal desorber with autosampler from Gerstel, Mülheim, in conjunction with an Agilent 7890/5975 GC/MSD system.
- b) The measurement conditions are indicated in Tables 1 and 2.

Table 1: Thermal desorption measurement parameters for test chamber measurement.

Thermal desorption	Gerstel TDS2
Desorption temperature	280°C
Desorption time	5 min
Flow rate	65 ml/min
Transfer line	280°C
Cryofocusing	KAS 4
Liner	glass evaporator tube with silanized glass wool
Temperature	-150°C

15 Table 2: Gas chromatography/mass spectrometry measurement parameters for test chamber measurement.

GC	capillary - GC Agilent 7890
Temperature programme	-150°C; 1 min; ↗ 10°C/sec; 280°C
Column	Agilent 19091B-115, Ultra 2, 50 m * 0.32 mm dF 0.5 µm
Flow rate	1.3 ml/min const. Flow
Temperature programme	50°C; 2 min; ↗ 3°C/min; 92°C; ↗ 5°C/min; 160°C; ↗ 10°C/min; 280°C, 20 min
Detector	Agilent MSD 5975
Evaluation:	Evaluation of the total ion current chromatogram by calculation as toluene equivalent

- c) For calibration, 2 µl of a mixture of toluene and hexadecane in methanol (each 0.125 mg/ml) were placed in a cleaned adsorption tube filled with Tenax® TA (mesh 35/60) and measured (desorption

201600048

19

5 min; 280°C).

Flexible foam – foaming examples

Example 1: Production of flexible polyurethane foams (flexible slabstock foam)

- 5 The performance testing of the compound of the formula (I) was carried out using the foam formulation indicated in table 3.

Table 3: Formulation 1 for flexible slabstock foam applications.

Formulation 1	Parts by mass (pphp)
Polyol 1 ¹⁾	100 parts
Water	3.00 parts
Tin catalyst ²⁾	0.20 part
Amine	0.20 part
TEGOSTAB® BF 2370 ³⁾	0.80 part
Desmodur® T 80 ⁴⁾ (tolylene diisocyanate T80)	38.1 parts

- 10 ¹⁾Polyol 1: glycerol-based polyether polyol having an OH number of 48 mg KOH/g.

²⁾KOSMOS® 29, obtainable from Evonik Industries: tin(II) salt of 2-ethylhexanoic acid.

³⁾Polyether-modified polysiloxane.

⁴⁾T 80 tolylene diisocyanate (80% 2,4 isomer, 20% 2,6 isomer) from Bayer, 3 mPa·s, 48% NCO, functionality 2.

15

In the foaming operation, 500 g of polyol were used; the other formulation constituents were adjusted correspondingly. Here, for example, 1.00 part of a component means 1.00 g of a substance per 100 g of polyol.

- 20 The foams were produced by manual mixing. The formulation 1 as indicated in Table 3 was employed using various amine catalysts. For this purpose, polyol, conventional or inventive nitrogen-containing catalyst (amine), tin catalyst, water and foam stabilizer were weighed into a cup and mixed at 1000 rpm for 60 seconds. After addition of the isocyanate (TDI), the reaction mixture was stirred at 2500 rpm for 7 s and immediately transferred into a paper-lined box (27 cm x 27 cm base area and 27 cm height). To assess the catalytic properties, the following characteristic parameters were determined: Rise time, rise height and
- 25 dropping back of the foam after the end of the rise phase (= settling).

201600048

20

Defined foam bodies were cut from the resulting foam blocks and were analysed further. The following physical properties were determined on the specimens: foam density (FD), porosity (= air permeability) and compressive strength CLD (40%).

- 5 The results of the evaluation of the catalytic properties of the inventive nitrogen-containing compound of the formula (I) and also the physical properties of the resulting flexible slabstock foams are collated in Table 4. As comparative catalysts according to the prior art, use was made of triethylenediamine, 33% strength by weight solution in dipropylene glycol (TEGOAMIN® 33, obtainable from Evonik Industries), 2-[2-(dimethylamino)ethoxy]ethanol (TEGOAMIN® DMEE, obtainable from Evonik Industries) and bis(2-
10 dimethylaminoethyl) ether, 70% strength by weight solution in dipropylene glycol (TEGOAMIN® BDE, obtainable from Evonik Industries). 0.20 pphp (= parts by weight based on 100 parts by weight of polyol) of amine was used in each case.

Table 4: Results of foaming of the formulation 1 (Table 3).

Amine	Rise time [s]	Settling [cm]	Height [cm]	FD [kg/m ³]	Porosity [mm] ¹⁾	Compressive strength (CLD 40%) [kPa]
TEGOAMIN® 33	119	0.2	28.9	31.2	18	4.1
TEGOAMIN® DMEE	133	0.1	28.1	30.9	13	3.7
TEGOAMIN® BDE	92	0.5	28.3	30.8	10	3.4
FORMULA (I)	98	0.6	28.2	31.0	13	3.4

15

¹⁾ = (dynamic pressure in mm water column).

- As can be seen from Table 4, the inventive compound of the formula (I) displays a high catalytic activity and selectivity in respect of the blowing reaction, which is apparent from the comparison with the
20 unbalanced TEGOAMIN® 33. The highly selective activity of the catalysis in respect of the blowing reaction is almost comparable with that of TEGOAMIN® BDE and considerably better than that of TEGOAMIN® DMEE. The physical evaluation of the resulting foams also shows, for example in respect of the proportion of open cells, that the compound of the formula (I) is a highly selective and highly active blowing catalyst.

- 25 Example 2: Emissions from flexible slabstock polyurethane foams

In order to study the influence of the compound of the formula (I) on the foam emissions, use was made of the foam formulation indicated in Table 5, which contains a low-emission polyol and a low-emission tin catalyst.

201600048

21

Table 5: Formulation 2, foam emissions in flexible slabstock foam applications.

Formulation 2	Parts by mass (pphp)
Polyol 1 ¹⁾	100 parts
Water	3.00 parts
Tin catalyst ²⁾	0.60 part
Amine	0.15 part
TEGOSTAB® BF 2370 ³⁾	0.80 part
Desmodur® T 80 ⁴⁾ (tolylene diisocyanate T80)	41.6 parts

¹⁾Polyol 1: Low-emission glycerol-based polyether polyol having an OH number of 56 mg KOH/g.

²⁾KOSMOS® EF, obtainable from Evonik Industries: Tin(II) salt of ricinoleic acid.

5 ³⁾Polyether-modified polysiloxane.

⁴⁾T 80 tolylene diisocyanate (80% 2,4 isomer, 20% 2,6 isomer) from Bayer, 3 mPa·s, 48% NCO, functionality 2.

10 In the foaming operation, 500 g of polyol were used; the other formulation constituents were adjusted correspondingly. Here, for example, 1.00 part of a component means 1.00 g of a substance per 100 g of polyol.

15 Foaming was carried out by manual mixing. Formulation 2 as specified in Table 5 containing various amine catalysts was used. For this purpose, low-emission polyol, conventional or inventive nitrogen-containing catalyst (amine), low-emission tin catalyst, water and foam stabilizer were weighed into a cup and mixed at 1000 rpm for 60 seconds. After addition of the isocyanate (TDI), the reaction mixture was stirred at 2500 rpm for 7 s and immediately transferred into a paper-lined box (27 cm x 27 cm base area and 27 cm height) and the resulting foam was, after blow-off, sealed in an airtight manner in polyethylene film. After a curing phase of 24 hours, a defined foam cube (7 cm x 7 cm x 7 cm) was cut from the resulting foam block
20 and was completely enclosed in aluminium foil and additionally sealed by means of polyethylene film.

The emission characteristics of the above-described foams were subsequently examined at room temperature by the test chamber test based on the DIN method DIN EN ISO 16000-9:2008-04 as described above. The results are shown in Table 6.

25

201600048

22

Table 6: Emissions from the flexible slabstock foams from Formulation 2 (Table 5)

Amine	Content of volatile organic compounds by the test chamber test		
	TC _{tot} ¹⁾	[$\mu\text{g}/\text{m}^3$]	TC _{amine} ¹⁾ [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]
TEGOAMIN® 33	93		61
TEGOAMIN® DMEE	27		< 10
TEGOAMIN® BDE	292		260
FORMULA (I)	< 20		< 10

¹⁾ TC_{tot} = total emission; TC_{amine} = emissions of all volatile amines or amine constituents in the test chamber test.

5

Table 6 shows that the amine emissions can surprisingly be reduced when use is made of the compound of the formula (I) compared to unreactive amines such as TEGOAMIN® BDE or TEGOAMIN® 33 and similar values are obtained as with incorporable, VOC-optimized amines such as TEGOAMIN® DMEE. Particularly compared to the use of TEGOAMIN® BDE, flexible polyurethane slabstock foams having significantly reduced amine emissions can thus be produced by alternative use of the compound of the formula (I); in this case even foams which are free or virtually free of amine emissions are obtained. In addition, as can be seen from Table 4 (Example 1), the rise time can be significantly shortened compared to reactive amines such as TEGOAMIN® DMEE when the compound of the formula (I) is used, which in combination represents a considerable advantage in the use for producing flexible slabstock foams. The compound of the formula (I) thus represents a highly active, blowing-selective and low-emission amine catalyst.

15

Example 3: Ageing of flexible polyurethane slabstock foams

Flexible slabstock foams for ageing tests in accordance with the DIN standard DIN EN ISO 2440/A1:2009-01 were produced in a manner analogous to Example 1 by means of formulation 1 (Table 3). Dry heat ageing at 140°C (oven) for 2 hours was selected as ageing method. A foam cube (10 cm x 10 cm x 5 cm) which was suitable for calculating the compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, served as test specimen. Firstly, for comparative purposes, the compressive strength before ageing was determined on a suitable test specimen from the same foam block. The compressive strength was, when possible, likewise determined for the aged test specimens. The low-emission amine catalyst 2-[2-(dimethylamino)ethoxy]ethanol (TEGOAMIN® DMEE, obtainable from Evonik Industries) was used as comparative catalyst according to the prior art. The results are compiled in Table 7.

25

201600048

23

Table 7: Change in the compressive strength of flexible slabstock foams before and after dry heat ageing.

Amine	CLD 40% before ageing [kPa]	CLD 40% after ageing [kPa]
TEGOAMIN® DMEE	3.6	2.3
FORMULA (I)	3.5	3.4

It can be seen from Table 7 that, regardless of the amine catalyst selected, both test specimens had a comparable compressive strength before dry heat ageing. When the compound of the formula (I) was used, no significant deterioration in the compressive strength was observed after heat ageing either. This was unexpected since low-emission catalysts generally lead to impaired ageing properties of the foam. This is also shown by the example of the low-emission catalyst TEGOAMIN® DMEE, where a significant decrease in the compressive strength after ageing was measured. In the case of TEGOAMIN® DMEE, the heat ageing selected even led to considerable destruction of the foam structure. This was likewise not observed when using the compound of the formula (I). The compound of the formula (I) thus represents a highly active, very blowing-selective, low-emission amine catalyst for the production of ageing-resistant flexible polyurethane foams.

The advantageous nature of the invention was also confirmed in the case of other types of foam, e.g. high-resilience flexible foams (slabstock and moulded foams).

Preparation of the inventive compound of the formula (I)

Synthesis Example 1:



Chemical	CAS	Supplier
2-Chloroethyl ether, 99%	111-44-4	Sigma-Aldrich Chemie GmbH Munich
Pyrrolidine, > 99%	123-75-1	Sigma-Aldrich Chemie GmbH Munich

26.74 g (0.187 mol) of 2-chloroethyl ether were placed in a 250 ml laboratory autoclave equipped with a stirrer, a heatable jacket, pressure gauge and temperature sensor and also an inert gas inlet line and

201600048

24

admixed with an amount of 120.0 g (1.68 mol) of pyrrolidine. After making the laboratory autoclave inert by means of nitrogen, the autoclave was heated to a jacket temperature of 60°C for 12 hours, with no significant pressure rise being able to be observed. A reduced pressure of 20 mbar was then applied in order to remove unreacted starting material for the purpose of deactivation. The laboratory autoclave was

5 then flushed with nitrogen and the reaction residue was subjected to a fine distillation in a diaphragm pump vacuum. After large amounts of unreacted pyrrolidone had gone over in the course of the process, an amount of 22.23 g of the product, corresponding to a yield of 56%, could be driven over in the target fraction at 15 mbar and a temperature at the top of 161°C. The reaction bottoms, which contained large amounts of quaternized by-product, crystallized on cooling to give a brown, salt-like mass. The 13C-NMR and also

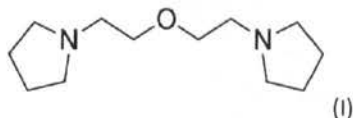
10 GC-MS analysis of the target fraction corresponded to expectations and confirmed formation of the product.

201600048

1

Claims

1. Mattress and/or cushion comprising at least one section of flexible polyurethane foam, characterized in that the flexible polyurethane foam has been obtained by reaction of at least one polyol component and at least one isocyanate component in the presence of the compound of the formula (I)



- and at least one blowing agent.
2. Mattress and/or cushion according to Claim 1, characterized in that the flexible polyurethane foam is a hot-cured flexible polyurethane foam, a high-resilience flexible polyurethane foam or a viscoelastic flexible polyurethane foam, or in that a combination of these flexible foams is used.
3. Mattress and/or cushion according to Claim 1 or 2, characterized in that the flexible polyurethane foam has a rebound resilience of 1-80%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 5 to 150 kg/m³ and/or a porosity, optionally after pressing open the foams, of from 1 to 250, in particular from 1 to 50 mm water column.
4. Mattress and/or cushion according to any of Claims 1 to 3, characterized in that the flexible polyurethane foam has a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10 of from 0.1 to 8.0 kPa.
5. Mattress and/or cushion according to any of Claims 1 to 4, characterized in that the flexible polyurethane foam is a hot-cured flexible polyurethane foam and preferably has a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10 of 2.0 – 8.0 kPa, and/or a rebound resilience of 15-60%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 8 to 80 kg/m³ and/or a porosity of from 1 to 250, in particular from 1 to 50 mm water column.
6. Mattress and/or cushion according to any of Claims 1 to 4, characterized in that the flexible polyurethane foam is a high-resilience flexible polyurethane foam and preferably has a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of 2.0 – 5.0 kPa, in particular 2.5 – 4.5 kPa, and/or a rebound resilience of \geq 55%, measured in accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of 25 to 80 kg/m³ and/or a porosity, preferably after pressing open the foam, of from 1 to 250, in particular from 1 to 50 mm water column.
7. Mattress and/or cushion according to any of Claims 1 to 4, characterized in that the flexible polyurethane foam is a viscoelastic flexible polyurethane foam and preferably has a glass transition temperature in the range from -20 to +15°C and/or a compressive strength CLD, 40% in accordance with DIN EN ISO 3386-1:2015-10, of 0.1 – 5.0 kPa, in particular 0.5 – 2.0 kPa, and/or a rebound resilience of < 10%, measured in

201600048

2

accordance with DIN EN ISO 8307:2008-03, and/or a foam density of from 30 to 130 kg/m³ and/or a porosity, preferably after pressing open the foam, of from 1 to 250, in particular from 1 to 50 mm water column.

8. Mattress according to any of Claims 1 to 7, characterized in that it has a height of from at least 1 cm to not more than 50 cm and a width of from at least 20 cm to not more than 300 cm, preferably from at least 70 cm to not more than 200 cm, and a length of from at least 20 cm to not more than 300 cm, preferably from at least 150 cm to not more than 220 cm.

9. Mattress according to any of Claims 1 to 8, characterized in that it is configured as multizone mattress.

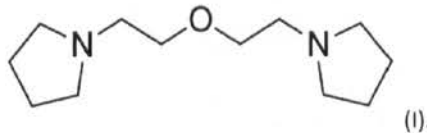
10

10. Mattress according to any of Claims 1 to 9, characterized in that it has different hardness zones distributed over its area, which are formed, in particular, by cuts and/or hollow spaces in the mattress.

11. Mattress according to any of the preceding claims, wherein the mattress is a high-resilience foam mattress, a viscoelastic mattress, a gel-foam mattress, a latex mattress or a box-spring mattress.

15

12. Use of flexible polyurethane foam in mattresses and/or cushions, in particular mattresses, wherein the flexible polyurethane foam has been obtained by reaction of at least one polyol component and at least one isocyanate component in the presence of the compound of the formula (I)



20

13. Use according to Claim 12 for providing mattresses and/or cushions having improved ageing resistance and improved emission behaviour.

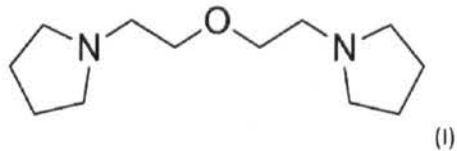
201600048

1

Abstract

"Ageing-resistant and low-emission mattresses and/or cushions"

Ageing-resistant and low-emission mattresses and/or cushions comprising at least one section of flexible polyurethane foam, wherein the flexible polyurethane foam has been obtained by reaction of at least one
5 polyol component and at least one isocyanate component in the presence of the compound of the formula (I)



and at least one blowing agent, are described.