



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 25 490 T2** 2006.05.04

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 098 921 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 25 490.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/EP99/04844**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 934 648.9**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/02941**

(86) PCT-Anmeldetag: **09.07.1999**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **20.01.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **16.05.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **25.05.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **04.05.2006**

(51) Int Cl.⁸: **C08G 18/22** (2006.01)

C08K 5/00 (2006.01)

C08L 75/00 (2006.01)

B27N 3/00 (2006.01)

C07F 7/00 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

9815029 11.07.1998 GB

(73) Patentinhaber:

**Huntsman International LLC, Salt Lake City, Utah,
US**

(74) Vertreter:

Viering, Jentschura & Partner, 46047 Oberhausen

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

SKINNER, John, Christopher, B-1000 Brussels, BE

(54) Bezeichnung: **POLYISOCYANATZUSAMMENSETZUNGEN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Diese Erfindung betrifft Polyisocyanatzusammensetzungen und insbesondere Polyisocyanatzusammensetzungen, die bestimmte organometallische Zusammensetzungen, die auf Metalle der Gruppe IVB basieren und die zum Binden von Lignocellulosematerial verwendbar sind, enthalten.

[0002] Die Verwendung von organischen Polyisocyanaten als Bindemittel für Lignocellulosematerial bei der Herstellung von Bögen oder Formkörpern, wie zum Beispiel einer Waferplatte, Graupappe, Faserplatte und Sperrholz, ist gut bekannt. In einem typischen Verfahren wird das organische Polyisocyanat, optional in Form einer Lösung, Dispersion oder wässrigen Emulsion, auf das Lignocellulosematerial aufgetragen, welches dann Wärme und Druck ausgesetzt wird.

[0003] Eine geeignete Polyisocyanatzusammensetzung ist in der PCT-Anmeldung WO 97/17388 offenbart. Diese Zusammensetzung umfasst eine Metallverbindung der Gruppe IVB, bevorzugt ein Titanchelat, optional zusammen mit einer die Kompatibilität fördernde Verbindung und/oder herkömmlichen Trennmitteln. Obwohl diese Zusammensetzungen gut als Bindemittel für Lignocellulosematerial wirken und gute Trennleistungen bereitstellen, ist es wünschenswert, eine ökonomischere Zusammensetzung zu entwickeln, die zusammen mit guten Aushärteigenschaften eine verbesserte Lagerungsstabilität vor der Verwendung und eine hervorragende Bindungsstärke bereitstellt, wenn sie auf das Lignocellulosematerial aufgetragen wird.

[0004] Es ist nun überraschend herausgefunden worden, dass bestimmte Polyisocyanatzusammensetzungen, die bestimmte Verbindungen von Metallen der Gruppe IVB und Acetacetatestern enthalten, bei andauernder Lagerung sehr stabil und ökonomisch sind, wenn sie zum Binden von Lignocellulosematerial verwendet werden.

[0005] Gemäß der Erfindung umfasst eine Polyisocyanatzusammensetzung eine Titan-, Zirkonium- oder Hafniumzusammensetzung, bevorzugt eine Titan- oder Zirkoniumzusammensetzung, wobei die Zusammensetzung ein Komplex von wenigstens einem Metall, das aus der Gruppe, die aus Titan, Zirkonium und Hafnium besteht, ausgewählt wird, und einem Acetacetatester ist, wobei das molare Verhältnis von Ti, Zr oder Hf zum Acetacetatester im Bereich von 1:2.5 bis 1:10 ist und der Acetacetatester ein Ester eines Alkohols, der 1 bis 6 Kohlenstoffatome enthält, ist.

[0006] Die in der Polyisocyanatzusammensetzung der Erfindung verwendete Titan-, Zirkonium- oder Hafniumzusammensetzung wird hier als ein „Komplex“ beschrieben. Es wird angenommen, dass etwas von dem Acetacetatester chemisch an das Metall (Ti, Zr oder Hf) gebunden werden wird, aber einiges kann als „freier“ Ester beschrieben werden. Die exakten Anteile, die gebunden und frei sind, werden teilweise von den exakten molaren Verhältnissen, die in dem Komplex vorliegen, und welches Metall oder Metalle verwendet wird/werden abhängen, aber es hat sich gezeigt, dass der „freie“ Ester die Eigenschaften, insbesondere die Lagerstabilität der Polyisocyanatzusammensetzung als ein Bindemittel für Lignocellulosematerial beeinflusst. Die Verwendung des Wortes „Komplex“ deutet darauf hin, dass der Komplex notwendigerweise vor der Zugabe zu einem Polyisocyanat getrennt hergestellt wird, um die Zusammensetzungen der Erfindung herzustellen. Der Komplex kann durch Herstellen der erfindungsgemäßen Zusammensetzung unter Verwendung verschiedener alternativer Verfahren, wie hier später beschrieben, gebildet werden.

[0007] Das molare Verhältnis von Metall zu Acetacetatester in dem Komplex liegt im Bereich von 1:2.5 bis 1:10. Wenn das Metall Titan ist, liegt das molare Verhältnis bevorzugt im Bereich von 1:2.5 bis 1:8 und bevorzugter im Bereich von 1:3 bis 1:6. In Übereinstimmung mit herkömmlichen Theorien über die Koordinationschemie von Titan nimmt man an, dass zwei Moleküle Acetacetatester chemisch an ein Titanatom gebunden werden und der Rest „frei“ bleibt. Wenn das Metall Zirkonium oder Hafnium ist, ist das molare Verhältnis bevorzugt 1:4.5 bis 1:10 und bevorzugter 1:4.5 bis 1:8 Zirkonium oder Hafnium zum Acetacetatester. Für Zirkonium oder Hafnium nimmt man erneut in Übereinstimmung mit herkömmlicher Theorie an, dass für Komplexe, die 4 oder mehr Mol Acetatester enthalten, 4 Moleküle Acetacetatester chemisch an jedes Zirkonium- oder Hafniumatom gebunden werden und der Rest „frei“ ist.

[0008] Der Komplex ist bevorzugt ein Komplex von wenigstens einem von Titan und Zirkonium.

[0009] Der bevorzugte Acetacetatester zur Herstellung des Komplexes ist Ethylacetacetat. Der Komplex kann aus mehr als einem Acetacetatester hergestellt werden, es liegt jedoch bevorzugt nur ein Acetacetatester im Komplex vor.

[0010] Typischerweise werden die Komplexe von Titan, Zirkonium oder Hafnium aus Titan-, Zirkonium- oder Hafniumalkoxiden mit der allgemeinen Formel $M(OR)_4$, bei der M Ti, Zr oder Hf ist und R eine substituierte oder unsubstituierte cyclische oder lineare Alkyl-, Alkenyl-, Aryl- oder Alkylarylgruppe oder Mischungen davon ist, hergestellt. Bevorzugt enthält R bis zu 8 Kohlenstoffatome und bevorzugter bis zu 6 Kohlenstoffatome. Im Allgemeinen werden alle 4 OR-Gruppen identisch sein, aber Alkoxide, die sich aus einer Mischung von Alkoholen ableiten, können verwendet werden und Mischungen von Alkoxiden können verwendet werden, wenn mehr als ein Metall in dem Komplex vorliegt. Geeignete Alkoxide beinhalten Tetramethoxytitan, Tetraethoxytitan, Tetraisopropoxytitan, Tetra-n-propoxytitan, Tetrabutoxytitan, Tetrakis(2-ethylhexoxy)titan, Tetrakis(2-ethoxyethoxy)titan, Tetracyclohexyloxytitan, Tetraphenoxytitan, Tetrapropoxyzirkonium, Tetrabutoxyzirkonium, Tetra-n-propoxyhafnium und Tetra-n-butoxyhafnium.

[0011] Alternativ kann der Komplex aus kondensierten Alkoxiden von Titan, Zirkonium oder Hafnium hergestellt werden. Diese Verbindungen können durch die allgemeine Formel $RO[M(OR)_2O]_xR$ dargestellt werden, wobei M und R die gleiche Bedeutung wie oben besprochen haben und x eine ganze Zahl ist. Im Allgemeinen bestehen diese kondensierten Alkoxide aus einer Mischung, die Verbindungen der oben genannten Formel, bei der x einen bestimmten Bereich von Werten einnimmt, enthält. X hat bevorzugt einen Durchschnittswert im Bereich von 2 bis 16 und bevorzugter im Bereich von 2 bis 8. Ein kondensiertes Alkoxid wird gewöhnlich durch die kontrollierte Zugabe von Wasser zum Alkoxid, gefolgt von der Entfernung von Alkohol, welcher verdrängt wird, hergestellt. Geeignete kondensierte Alkoxide beinhalten die Verbindungen, die als Polybutyltitanat, Polybutylzirkonat und Polyisopropyltitanat bekannt sind. Komplexe von kondensierten Alkoxiden können ebenfalls durch Bildung eines Komplexes eines Acetacetates mit einem Alkoxid, Hinzufügen von Wasser zu dem Komplex und Entfernen jedes Alkohols als Nebenprodukt hergestellt werden.

[0012] Andere Titan-, Zirkonium- oder Hafniumverbindungen, wie zum Beispiel Titan-, Zirkonium- oder Hafniumtetrachlorid oder -alkoxide, welche zum Beispiel mit Glycol oder Phosphorsubstituenten substituiert worden sind, können als Rohmaterialien für die Bildung des in der Erfindung verwendeten Komplexes verwendet werden.

[0013] Der Komplex kann leicht zum Beispiel durch Mischen eines Alkoxids oder kondensierten Alkoxids mit einer geeigneten Menge Acetacetates hergestellt werden. Alkohol des Alkoxids wird von dem Acetacetates verdrängt und der verdrängte Alkohol wird bevorzugt zum Beispiel durch Destillation entfernt. In einem bevorzugten Verfahren werden 2 mol Acetacetates pro Atom Ti oder 4 mol Acetacetates pro Atom Zr oder Hf zu einem Alkoxid oder kondensierten Alkoxid hinzugegeben und der verdrängte Alkohol durch Destillation entfernt. Jeder zusätzlich erforderliche Acetacetates wird dann zu dem abgestrichenen Produkt hinzugegeben. Dieses Verfahren ist vorteilhaft, da es ein einheitliches Produkt von bekannter Stöchiometrie bereitstellt. Es ist möglich, den gesamten Acetacetates in einer Charge hinzuzugeben und anschließend den gesamten verdrängten Alkohol zu entfernen, aber etwas des „freien“ Acetacetates wird gewöhnlich aus Versehen während dieses Verfahrens entfernt, was zu uneinheitlichen Produkten und Kontamination des verdrängten Alkohols führt.

[0014] Alternativ kann ein Produkt, das zum Beispiel 2 mol Acetacetates pro Ti-Atom oder 4 mol Acetacetates pro Zr oder Hf-Atomen enthält, gemäß des oben ausgeführten Verfahrens, hergestellt werden, und dieses kann mit einem Polyisocyanat gemischt werden. Jeder zusätzliche Acetacetates, der benötigt wird, um die Polyisocyanatzusammensetzung der Erfindung herzustellen, kann vor oder nachdem die Titan-, Zirkonium- oder Hafniumverbindung hinzugefügt worden ist, zu dem Polyisocyanat hinzugefügt werden. Andere Verfahren zur Herstellung der Zusammensetzung der Erfindung werden dem Durchschnittsfachmann offensichtlich sein.

[0015] Die Menge an Titan-, Zirkonium- oder Hafniumkomplex, die in der Polyisocyanatzusammensetzung der Erfindung vorliegt, liegt gewöhnlich im Bereich von 0.01 bis 20 Gew.-%, basierend auf dem Polyisocyanat, und bevorzugt liegt die Menge im Bereich von 0.1 bis 10 Gew.-%. Bevorzugter liegt die Menge des vorliegenden Komplexes im Bereich von 0.2 bis 7 Gew.-% in Bezug auf das Polyisocyanat. Wenn der Komplex ein Titankomplex ist, liegt die bevorzugteste Menge des Komplexes im Bereich von 0.2 bis 5.0 Gew.-% und wenn der Komplex ein Zirkoniumkomplex ist, liegt die bevorzugteste Menge des Komplexes im Bereich von 0.2 bis 3.5 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat.

[0016] Polyisocyanat für die Verwendung in der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung kann jede organische Polyisocyanatverbindung oder eine Mischung von organischen Polyisocyanatverbindungen sein, vorausgesetzt, dass diese Verbindungen wenigstens 2 Isocyanatgruppen haben. Organische Polyisocyanate beinhalten Diisocyanate, insbesondere aromatische Diisocyanate und Isocyanate höherer Funktionalität.

[0017] Beispiele von organischen Polyisocyanaten, die in der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, beinhalten aliphatische Isocyanate, wie zum Beispiel Hexamethylen-diisocyanat und aromatische Isocyanate, wie z.B. m- und p-Phenylendiisocyanat, Toluol-2,4- und Toluol-2,6-diisocyanat, Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat, Chlorophenyl-2,4-diisocyanat, Naphthyl-1,5-diisocyanat, Diphenyl-4,4'-diisocyanat, 4,4'-Diisocyanat-3,3'-dimethyldiphenyl, 3-Methyldiphenylmethan-4,4'-diisocyanat und Diphenyletherdiisocyanat und cycloaliphatische Diisocyanate, wie z.B. Cyclohexan-2,4- und -2,3-diisocyanat, 1-Methylcyclohexyl-2,4- und -2,6-diisocyanat und Mischungen davon und Bis(isocyanatocyclohexyl)methan und Triisocyanate, wie z.B. 2,4,6-Triisocyanatotoluol und 2,4,4-Triisocyanatdiphenylether.

[0018] Modifizierte Polyisocyanate, die Isocyanurat-, Carbodiimid- oder Uretonimgruppen enthalten, können ebenso verwendet werden. Des Weiteren können Blockpolyisocyanate, wie das Reaktionsprodukt eines Phenols oder eines Oxims und eines Polyisocyanats verwendet werden, wobei sie eine Freigabetemperatur unterhalb der Temperatur, die verwendet wird, wenn die Polyisocyanatzusammensetzung verwendet wird, haben.

[0019] Das organische Polyisocyanat kann ebenfalls ein auf Isocyanat endendes Prepolymer sein, das durch Umsetzen eines Überschusses eines Diisocyanats oder eines Polyisocyanats mit höherer Funktionalität mit einem Polyol hergestellt wird.

[0020] Wasseremulgierbare organische Polyisocyanate, wie die, die im UK-Patent Nr. 1 444 933, in der Europäischen Patentveröffentlichung Nr. 516 361 und in der PCT-Patentanmeldung Nr. 91/03082 beschrieben wurden, können ebenfalls verwendet werden.

[0021] Mischungen von Isocyanaten können verwendet werden, zum Beispiel eine Mischung von Toluoldiisocyanatisomeren, wie zum Beispiel die kommerziell erhältlichen Mischungen von 2,4- und 2,6-Isomeren, und ebenfalls die Mischung von Di- und höheren Polyisocyanaten. Polyisocyanatmischungen können optional monofunktionelle Isocyanate, wie zum Beispiel p-Ethylphenylisocyanat, enthalten.

[0022] Diese Mischungen sind im Stand der Technik gut bekannt und beinhalten die rohen Phosgenierungsprodukte, die methylenverbrückte Polyphenylpolyisocyanate einschließlich Diisocyanat, Triisocyanat und höhere Polyisocyanate zusammen mit irgendwelchen Phosgenierungsnebenprodukten enthalten.

[0023] Bevorzugte Isocyanate, die in der vorliegenden Erfindung verwendet werden sollen, sind die, bei denen das Isocyanat ein aromatisches Diisocyanat oder Polyisocyanat höherer Funktionalität, wie zum Beispiel ein reines Diphenylmethandiisocyanat oder eine Mischung von mit methylenverbrückten Polyphenylpolyisocyanaten, die Diisocyanate, Triisocyanate und höher funktionalisierte Polyisocyanate enthalten, ist.

[0024] Methylenverbrückte Polyphenylpolyisocyanate sind im Stand der Technik gut bekannt. Sie werden durch Phosgenierung von entsprechenden Polyaminmischungen hergestellt. Zur Einfachheit werden polymere Mischungen von methylenverbrückten Polyphenylpolyisocyanaten, die Diisocyanat, Triisocyanat und höher funktionalisierte Polyisocyanate enthalten, im Folgenden als polymeres MDI bezeichnet. Geeignete Polyisocyanate beinhalten SUPRASEC™ DNR, SUPRASEC™ 2185, RUBINATE™ M und RUBINATE™ 1840, die alle von Imperial Chemical Industries erhältlich sind.

[0025] Das Polyisocyanat ist bevorzugt bei Raumtemperatur flüssig.

[0026] Herkömmliche Trennmittel können zu der Polyisocyanatzusammensetzung der vorliegenden Erfindung, die einen Titan-, Zirkonium- oder Hafniumkomplex eines Acetacetates enthält, hinzugegeben werden oder damit zusammen verwendet werden.

[0027] Das herkömmliche Trennmittel liegt in einer Menge vor, die zwischen 0.2 und 10 Gew.-%, bevorzugt zwischen 0.5 und 6 Gew.-% und am bevorzugtesten zwischen 1 und 3 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, variiert, wohingegen der Titan-, Zirkonium- oder Hafniumkomplex eines Acetacetates bevorzugt in einer Menge, die zwischen 0.2 und 4 Gew.-%, am bevorzugtesten zwischen 0.2 und 2 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, variiert, vorliegt.

[0028] Beispiele für herkömmliche Trennmittel beinhalten Polysiloxane, gesättigte oder ungesättigte Fettsäuren (wie zum Beispiel Ölsäure) oder Fettsäureamide oder Fettsäureestern und Polyolefinwachse.

[0029] Bevorzugte herkömmliche Trennmittel, die gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet werden sol-

len, sind Polyolefinwachse oder Mischungen von Polyolefinwachsen, insbesondere funktionalisierte Polyolefinwachse, die in einem wässrigen Medium dispergierbar sind, um eine wässrige Emulsion zu bilden. Bevorzugt werden die Polyolefinwachse aus oxidierten Polyethylenwachsen und oxidierten Polypropylenwachsen ausgewählt.

[0030] Ein bevorzugtes Verfahren für die Verwendung des Trennmittels ist es, die Emulsion auf das mit Polyisocyanat behandelte Lignocellulosematerial oder vor dem Heißpressen der Kombination auf die Pressmetalloberfläche aufzutragen.

[0031] Die wässrige Emulsion des Polyolefinwachses sollte, wenn verwendet, normalerweise eine ausreichende Menge des Polyolefinwachses enthalten, um eine Bedeckung von ungefähr 0.01 bis ungefähr 1 und bevorzugt ungefähr 0.02 bis ungefähr 0.5 mg des Polyolefinwachses pro cm² Lignocellulosematerial oder Pressmetalloberfläche bereitzustellen. Im Allgemeinen sind niedrigere Level an Polyolefinwachs bevorzugt, da sie kosteneffizienter sind. Zieht man die Emulgatoren in Betracht, werden die wässrigen Emulsionen gewöhnlich ungefähr 0.2 bis ungefähr 10 Gew.-%, bevorzugt ungefähr 0.3 bis ungefähr 5% Gew.-% der Gesamtfeststoffe enthalten. Die Emulsionen werden gewöhnlich mit 30 bis 40% Gesamtfeststoff hergestellt, zum Verwendungsort transportiert und dann mit Wasser verdünnt, um die gewünschte Konzentration zu erhalten.

[0032] Es hat sich gezeigt, dass die Polyolefinwachse Emulsion, wenn zusammen mit den Polyisocyanatzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung verwendet, wirksam auf das Lignocellulosematerial oder die Pressmetalloberfläche in einer Menge, die zu 8 bis 14 mg pro cm² äquivalent ist, aufgetragen werden kann.

[0033] Eine besonders bevorzugte Polyethylenwachse Emulsion, die in einem Verfahren zusammen mit einer Polyisocyanatzusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet werden kann, ist Rubilon™ 603 oder Rubilon™ 605, die beide von Imperial Chemical Industries erhältlich sind.

[0034] Eine besonders bevorzugte Polypropylenwachse Emulsion, die in dem vorliegenden Verfahren verwendet werden kann, ist ME 42040, die von Michelman Inc. aus Cincinnati, Ohio erhältlich ist.

[0035] Um die Lagerstabilität der Polyisocyanatzusammensetzung der vorliegenden Erfindung zu verbessern, kann ein Verdünnungsmittel zu der Zusammensetzung hinzugegeben werden. Geeignete Verdünnungsmittel beinhalten Weichmacher des Typs, der in „Taschenbuch der Kunststoff-Additive“, Ed. von R. Gächter und H. Müller, Carl Hanser Verlag München, dritte Edition, 1989, genannt sind. Bevorzugte Verdünnungsmittel sind Phthalate, aliphatische Carboxylate, Fettsäureester, Leinsamenöl und Sojabohnenöl. Ein besonders bevorzugtes Verdünnungsmittel ist Priolube 1403, das von Unichema erhältlich ist und ein Methyloleat ist. Diese Verdünnungsmittel werden in Mengen von 1 bis 40 Gew.-Teilen pro 100 Gew.-Teile des Polyisocyanats und bevorzugt in Mengen von 1 bis 15 Gew.-Teile pro 100 Gew.-Teile des Polyisocyanats hinzugegeben.

[0036] Die Zusammensetzung kann des Weiteren herkömmliche Additive wie Flammhemmstoffe, Lignocelluloseschutzmittel, Fungizide, Wachse, Schlichtemittel, Füllstoffe, Tenside, thixotrope Agenzien und andere Bindemittel wie Formaldehydcondensatklebharze und Lignin (optional zusammen mit einem Ligninlösungsmittel, wie zum Beispiel in der PCT-Patentanmeldung Nr. EP 96/00924 beschrieben).

[0037] Ein besonders bevorzugtes Additiv, das in der Polyisocyanatzusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet werden soll, ist ein Kopplungsagens, wie zum Beispiel ein organofunktionales Silan (zum Beispiel Dynasylan AMEO, erhältlich von Huls). Das Hinzugeben eines solchen Kopplungsagens zu der Polyisocyanatzusammensetzung führt zu verbesserten Materialeigenschaften. Die organofunktionellen Silan-Kopplungsagenzien werden in Mengen, die von 0.01 bis 3 Gew.-%, bevorzugt von 0.1 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, reichen, verwendet.

[0038] Die Polyisocyanatzusammensetzung der vorliegenden Erfindung kann durch einfaches Vermischen der Inhaltsstoffe bei Raumtemperatur hergestellt werden.

[0039] Die vorliegende Erfindung betrifft ebenfalls ein Verfahren zur Herstellung von Lignocellulosekörpern durch In-Kontakt-Bringen der Lignocellulose Teile mit einer Polyisocyanatzusammensetzung und durch Verpressen dieser Kombination.

[0040] Deshalb stellt die vorliegende Erfindung ebenfalls ein Verfahren zum Binden eines Lignocellulosematerials bereit, das die Schritte umfasst

a) In-Kontakt-Bringen des Lignocellulosematerials mit der vorliegenden Polyisocyanatzusammensetzung,

die eine Titan-, Zirkonium- oder Hafniumzusammensetzung, welche ein Komplex von wenigstens einem Metall, das aus der Gruppe, die aus Titan, Zirkonium und Hafnium besteht, ausgewählt wird, und einem Acetacetatester ist, umfasst, wobei das molare Verhältnis von Ti, Zr oder Hf zum Acetacetatester im Bereich von 1:2.5 bis 1:10 liegt, und der Acetacetatester ein Ester eines Alkohols mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen ist und

b) anschließendes Abbindenlassen des Materials.

[0041] Die Lignocellulosekörper werden durch In-Kontakt-Bringen der Lignocelluloseteile mit der Polyisocyanatzusammensetzung durch Mischen, Aufsprühen und/oder Auftragen der Zusammensetzung mit/auf der/die Lignocelluloseteile und durch Verpressen der Kombination der Polyisocyanatzusammensetzung und der Lignocelluloseteile, bevorzugt durch Heißpressen, normalerweise bei 150°C bis 250°C und 2 bis 6 Mpa spezifischer Druck hergestellt.

[0042] Solche Abbindverfahren sind im Stand der Technik allgemein bekannt.

[0043] Bei der Herstellung einer Waferplatte können das Lignocellulosematerial und die Polyisocyanatzusammensetzung in geeigneter Weise durch Aufsprühen der vorliegenden Polyisocyanatzusammensetzung auf das Lignocellulosematerial, während es umgerührt wird, gemischt werden.

[0044] Wie hier zuvor beschrieben, wird in einem bevorzugten Verfahren gemäß der Erfindung ein Trennmittel, welches bevorzugt eine wässrige Emulsion eines Polyolefinwachses ist, auf die Oberfläche des mit Polyisocyanat behandelten Lignocellulosematerials oder auf die Pressmetalloberfläche aufgetragen, bevor die Kombination heißgepresst wird.

[0045] Das Lignocellulosematerial wird nach der Behandlung mit der Polyisocyanatzusammensetzung auf Zwischenplatten aus Aluminium oder Stahl, die dazu dienen, den Stoff in die Presse zu befördern, wo er auf das gewünschte Maß, gewöhnlich bei einer Temperatur zwischen 150°C und 250°C, verdichtet wird, aufgebracht.

[0046] Obwohl das Verfahren besonders für die Herstellung einer Waferplatte, die besonders als orientierte Strangplatte bekannt ist, und im Wesentlichen für eine solche Herstellung verwendet wird, kann das Verfahren nicht als in diesem Sinne beschränkt angesehen werden und kann ebenfalls für die Herstellung eines Faserbrettes mit mittlerer Dichte, eines Teilchenbrettes (auch bekannt als Chipbrett) und Sperrholz verwendet werden.

[0047] Somit kann das verwendete Lignocellulosematerial Holzfäden, Holzspäne, Holzfaser, Hobelspäne, Furniere, Holzwohle, Kork, Borke, Sägespäne und ähnliche Abfallprodukte der Holzverarbeitenden Industrie als auch andere Materialien mit einer Lignocellulosebasis, wie zum Beispiel Papier, Bagasse, Stroh, Flachs, Sisal, Hanf, Binse, Schilf, Reishülsen, Schoten, Gräser, Nussschalen und ähnliches beinhalten. Zusätzlich können mit dem Lignocellulosematerial andere teilchenförmige oder faserige Materialien wie zum Beispiel gemahlener Schaumabfall (zum Beispiel gemahlener Polyurethanschaumabfall), mineralische Füllstoffe, Glasfaser, Glimmer, Gummi, Textilabfall, wie zum Beispiel Plastikfasern und -stoffe, vermischt werden.

[0048] Wenn die Polyisocyanatzusammensetzung auf das Lignocellulosematerial aufgetragen wird, wird das Gewichtsverhältnis des Polyisocyanats/Lignocellulosematerials abhängig von der Schüttdichte des verwendeten Lignocellulosematerials variieren. Deshalb können die Polyisocyanatzusammensetzungen in solchen Mengen aufgetragen werden, dass sie ein Gewichtsverhältnis des Polyisocyanats/Lignocellulosematerials im Bereich von 0.1:99.9 bis 20:80 und bevorzugt im Bereich von 0.5:99.5 bis 10:90 ergeben.

[0049] Wenn notwendig, können andere herkömmliche Bindemittelagenzien, wie zum Beispiel Formaldehydkondensatklebstoffharze, zusammen mit der Polyisocyanatzusammensetzung verwendet werden.

[0050] Detailliertere Beschreibung der Verfahren zur Herstellung von Waferplatten und ähnlichen Produkten, basierend auf Lignocellulosematerial, sind im Stand der Technik erhältlich. Die Techniken und die herkömmlich verwendete Ausrüstung können für die Verwendung mit den Polyisocyanatzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung angepasst werden.

[0051] Die Polyisocyanatzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung sind bei der Minimierung unerwünschter Adhäsion auf Zwischenplatten, Pressplatten und anderen Oberflächen, mit denen das behandelte Lignocellulosematerial in Kontakt kommen kann, äußerst wirksam. Ihre Lagerstabilität und Trennleistung ist

verglichen mit Polyisocyanatzusammensetzungen des Standes der Technik verbessert, als auch die erhaltenen Bretteigenschaften.

[0052] Die durch die Polyisocyanatzusammensetzungen der vorliegenden Erfindung hergestellten Bögen und Formkörper haben exzellente mechanische Eigenschaften und sie können in irgendwelchen Gegebenheiten, bei denen solche Gegenstände gewöhnlich verwendet werden, verwendet werden.

[0053] Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele veranschaulicht, aber nicht dadurch begrenzt.

BEISPIEL 1

Herstellung von Produkt A

[0054] Ein Reaktor wurde mit Tetraisopropyltitanat (1400 kg, Tilcom TIPT von ICI Vertec) befüllt. Ethylacetat (1282 kg) wurde dann unter Rühren hinzugefügt. Das resultierende Produkt war eine schwach rote Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (580 kg, Isopropanol) wurde dann durch Verdampfen entfernt, um eine rote Flüssigkeit, Produkt A (2090 kg) zu ergeben.

[0055] Produkt A wurde dann durch Hinzufügen verschiedener Mengen Methylacetacetat, Ethylacetacetat und Cetylacetacetat in den folgenden molaren Anteilen verdünnt.

TABELLE 1

Probe	Molzahl Produkt A	Molzahl Methylacetacetat
Test 1	1	1.1
Test 2	1	2.2
Test 3	1	4.4
Test 4	1	6.6
Test 5*	1	8.8
Test 6*	1	11

* nicht gemäß der Erfindung

TABELLE 2

Probe	Molzahl Produkt A	Molzahl Ethylacetacetat
Test 7	1	1.1
Test 8	1	2.2
Test 9	1	4.4
Test 10	1	6.6
Test 11*	1	8.8
Test 12*	1	11

* nicht gemäß der Erfindung

TABELLE 3

Probe	Molzahl Produkt A	Molzahl Cetylacetacetat
Vergleich 1	1	1.1
Vergleich 2	1	2.2
Vergleich 3	1	4.4
Vergleich 4	1	6.6
Vergleich 5	1	8.8
Vergleich 6	1	11

[0056] Die Produkte wurden durch Herstellen einer Anzahl von Zusammensetzungen, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und verschiedener Mengen der in Tests 1 bis 12 (siehe Tabelle 4 unten) aufgezeigten Proben ausgewertet. Jede Zusammensetzung enthielt dieselbe Konzentration von Produkt A. Die Zusammensetzungen wurden dann bei 45°C gelagert und die Viskosität mittels eines Brookfield Viskometers in unterschiedlichen Intervallen getestet.

TABELLE 4

Probe	Gew.-Teile	Gew.-Teile Suprasec DNR
Test 1	0.78	100
Test 2	0.96	100

Test 3	1.32	100
Test 4	1.67	100
Test 5	2.03	100
Test 6	2.38	100
Test 7	0.80	100
Test 8	1.00	100
Test 9	1.40	100
Test 10	1.80	100
Test 11	2.20	100
Test 12	2.60	100

[0057] Zum Vergleich wurden eine Anzahl von Zusammensetzungen, die 100 Gew.-Teile des Polyisocyanats (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) umfassen, und verschiedene Mengen der als Beispiel 1 bis 6 (siehe Tabelle 5 unten) bezeichneten Proben hergestellt. Alle diese Zusammensetzungen enthielten die gleiche Menge Produkt A, wobei diese Menge die gleiche war, wie die Menge von Produkt A in jeder der Zusammensetzungen, die als Test 1 bis Test 12 bezeichnet wurden, ist. Diese Zusammensetzungen wurden dann bei 45°C gelagert und die Viskosität wurde unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters in den gleichen Intervallen getestet.

TABELLE 5

Probe	Gew.-Teile	Gew.-Teile Suprasec DNR
Vergleich 1	1.1	100
Vergleich 2	1.6	100
Vergleich 3	2.6	100
Vergleich 4	3.6	100
Vergleich 5	4.6	100
Vergleich 6	5.6	100

[0058] Die folgenden Ergebnisse wurden für die Systeme, die auf Produkt A basieren, mit unterschiedlich zugegebenen Mengen Methylacetacetat und Ethylacetacetat erhalten [alle Ergebnisse sind in Pa s ausgedrückt].

TABELLE 6

Produkt A + Methylacetacetat

Zeit (Tage)	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Test 6
0	0.292	0.288	0.274	0.272	0.267	0.267
14	0.828	0.548	0.632	0.678	0.746	0.806
25	1.208	0.734	0.840	1.007	1.078	1.153
30	n.m.	1.050	1.139	1.330	1.526	1.756
46	2.568	1.207	1.239	1.546	1.767	2.125
67	n.m.	1.917	1.707	2.209	2.579	3.392

n.m. = nicht gemessen

TABELLE 7

Produkt A + Ethylacetacetat

Zeit (Tage)	Test 7	Test 8	Test 9	Test 10	Test 11	Test 12
0	0.305	0.293	0.280	0.270	0.263	0.263
14	0.787	0.600	0.645	0.717	0.806	0.814
25	1.136	0.879	0.911	1.078	1.197	1.251
30	n.m.	1.137	1.225	1.538	1.734	1.811
46	2.486	1.310	1.410	1.735	2.240	2.018
67	n.m.	2.028	1.943	2.440	3.275	3.192

n.m. = nicht gemessen

[0059] Die folgenden Ergebnisse wurden für die Systeme, die auf Produkt A basieren, mit unterschiedlich zugegebenen Mengen Cetylacetacetat erhalten [alle Ergebnisse in Pa s ausgedrückt].

TABELLE 8

Produkt A + Cetylacetacetat

Zeit (Tage)	Vergleich 1	Vergleich 2	Vergleich 3	Vergleich 4	Vergleich 5	Vergleich 6
0	0.324	0.296	0.296	0.277	0.279	0.264
14	1.195	0.599	0.627	0.630	0.667	0.626
25	1.995	0.797	0.839	0.851	1.014	0.989
30	n.m.	1.145	1.168	1.049	1.430	1.427
46	4.620	1.396	1.281	1.162	1.608	1.620
67	n.m.	2.443	1.853	1.610	2.260	2.309

n.m. = nicht gemessen

[0060] Im Allgemeinen ist der maßgeblichste Zeitraum für die Lagerstabilität bei Raumtemperatur der Zeitraum von 14 bis 46 Tagen nach der Herstellung der Polyisocyanatzusammensetzung. Aus den oben gezeigten Tabellen 6 bis 8 kann gesehen werden, dass die optimale Viskosität (allgemein, niedrigste) nach 46 Tagen bei 45°C (ein beschleunigter Test) in Test 2 (2.2 mol Methylacetacetat), Test 8 (2.2 mol Ethylacetacetat) und Vergleich 4 (6.6 mol Cetylacetacetat) erreicht wurde. Die Ergebnisse zeigen, dass die in der Zusammensetzung der Erfindung verwendeten Titankomplexe ein ökonomischeres Mittel zur Stabilisierung der Polyisocyanatzusammensetzung bereitstellen.

BEISPIEL 2

Herstellung von Produkt B

[0061] Ein Kolben wurde mit Tetra-n-propylzirkonat (43.7 g, Tilcom® NPZ – das 75% $\text{Zr}(\text{OnPr})_4$ enthält – von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Methylacetacetat (46.5 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachgelbe Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (35.3 g, n-Propanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um ein gelbes Öl (54.8 g) zu ergeben. Das Öl wurde dann mit zusätzlichem Methylacetacetat (11.6 g) gemischt, um Produkt B zu ergeben.

[0062] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 2.09 Gew.-Teile Produkt B umfasst, doppelt hergestellt. Die Zusammensetzungen wurden dann bei 45°C gelagert und die Viskosität wurde in unterschiedlichen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse sind unten in Tabelle 9 in Pa s gezeigt.

TABELLE 9

Zeit (Tage)	Produkt B(i)	Produkt B(ii)
0	0.220	0.220
20	0.440	0.400
41	0.580	0.520
62	0.660	0.640
84	1.020	1.340

Herstellung von Produkt C

[0063] Ein Kolben wurde mit Tetra-n-propylzirkonat (43.7 g, Tilcom® NPZ – das 75% $\text{Zr}(\text{OnPr})_4$ enthält – von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Methylacetacetat (46.5 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachgelbe Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (34.3 g, n-Propanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um ein gelbes Öl (55.8 g) zu ergeben. Das Öl wurde dann mit zusätzlichem Methylacetacetat (23.2 g) gemischt, um Produkt C zu ergeben.

[0064] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 2.48 Gew.-Teile Produkt C umfasst, doppelt hergestellt. Die Zusammensetzungen wurden dann bei 45°C gelagert und die Viskosität wurde in unterschiedlichen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse werden unten in Tabelle 10 in Pa s gezeigt.

TABELLE 10

Zeit (Tage)	Produkt C(i)	Produkt C(ii)
0	0.220	0.220
20	0.460	0.500
41	0.500	0.500
62	0.720	0.620
84	1.280	0.980

Herstellung von Produkt D

[0065] Ein Kolben wurde mit Tetra-n-propylzirkonat (87.3 g, Tilcom® NPZ – das 75% $\text{Zr}(\text{OnPr})_4$ enthält – von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (104 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachgelbe Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (67.1 g, n-Propanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um ein gelbes Öl (124.3 g) zu ergeben. Das Öl wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (26 g) gemischt, um Produkt D zu ergeben.

[0066] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 2.21 Gew.-Teile Produkt D umfasst, doppelt hergestellt. Die Zusammensetzungen wurden bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzungen wurde in unterschiedlichen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse sind unten in Tabelle 11 in Pa s gezeigt.

TABELLE 11

Zeit (Tage)	Produkt D(i)	Produkt D(ii)
0	0.220	0.220
20	0.480	0.460
41	0.540	0.560
62	0.700	0.920
84	1.140	1.040

Herstellung von Produkt E

[0067] Ein Kolben wurde mit Tetra-n-propylzirkonat (87.3 g, Tilcom® NPZ, das 75% Zr(OnPr)₄ enthält – von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (104 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachgelbe Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (70.0 g, n-Propanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um ein gelbes Öl (121.4 g) zu ergeben. Das Öl wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (52 g) gemischt, um Produkt E zu ergeben.

[0068] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 2.56 Gew.-Teile Produkt E umfasst, doppelt hergestellt. Die Zusammensetzungen wurden bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzungen wurde in unterschiedlichen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse sind unten in Tabelle 12 in Pa s gezeigt.

TABELLE 12

Zeit (Tage)	Produkt E(i)	Produkt E(ii)
0	0.220	0.220
20	0.560	0.580
41	0.620	0.600
62	0.860	0.780
84	1.060	0.960

[0069] Die Zirkoniumkomplexe (Produkte B, C, D, E) zeigen eine gesteigerte Stabilität über einen längeren Zeitraum als die Titankomplexe von Vergleich 1 bis 6 (Tabelle 8).

BEISPIEL 3

Herstellung von Produkt F

[0070] Ein Kolben wurde mit Tetraisopropyltitanat (71 g, Tilcom® TIPT von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (65 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Im Anschluss an die Zugabe von Ethylacetacetat wurde destilliertes Wasser (1.1 g, 0.25 mol pro mol Ti) zu der Mischung unter kräftigem Rühren hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachrote Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (43.4 g, Isopropanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um eine rote Flüssigkeit (94.5 g) zu ergeben. Diese Flüssigkeit wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (65 g) gemischt, um Produkt F zu ergeben.

[0071] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 0.88 Gew.-Teile Produkt F umfasst, hergestellt. Die Zusammensetzung wurde dann bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammen-

setzung wurde in verschiedenen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet.

Herstellung von Produkt G

[0072] Ein Kolben wurde mit Tetraisopropyltitanat (71 g, Tilcom® TIPT von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (65 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Im Anschluss an die Zugabe von Ethylacetacetat wurde destilliertes Wasser (2.3 g, 0.5 mol pro mol Ti) zu der Mischung unter kräftigem Rühren hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachrote Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (48.4 g, Isopropanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um eine rote Flüssigkeit (93.3 g) zu ergeben. Diese Flüssigkeit wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (65 g) gemischt, um Produkt G zu ergeben.

[0073] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 0.88 Gew.-Teile Produkt G umfasst, hergestellt. Die Zusammensetzung wurde dann bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzung wurde in verschiedenen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse für Produkt F und Produkt G sind unten in Tabelle 13 in Pa s gezeigt.

TABELLE 13

Zeit (Tage)	Produkt F	Produkt G
0	0.220	0.220
10	0.485	0.520
40	0.760	0.760
60	1.100	1.200
80	1.140	1.220

BEISPIEL 4

[0074] Ein Kolben wurde mit Tetraisopropyltitanat (71 g, Tilcom® TIPT von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Tert-Butylacetacetat (79.1 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwachgelbe Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (30.0 g, Isopropanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um eine rote Flüssigkeit (120.0 g) zu ergeben. Diese Flüssigkeit wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (65 g) gemischt, um Produkt H zu ergeben.

[0075] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 1.02 Gew.-Teile Produkt H umfasst, hergestellt. Die Zusammensetzung wurde dann bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzung wurde in verschiedenen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse sind unten in Tabelle 14 in Pa s gezeigt.

TABELLE 14

Zeit (Tage)	Viskosität
0	0.220
10	0.480
40	1.160
60	1.800
80	2.160

BEISPIEL 5

Herstellung von Produkt I

[0076] Ein Kolben wurde mit Tetraisopropyltitanat (71 g, Tilcom® TIPT von ICI Vertec) befüllt und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (65 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Im Anschluss an die Zugabe von Ethylacetacetat wurde Butylsäurephosphat (11.4 g, 0.25 mol) unter kräftigem Rühren zu der Mischung hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwach rote Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (38.2 g, Isopropanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um eine rote Flüssigkeit (109.2 g) zu ergeben. Diese Flüssigkeit wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (65 g) gemischt, um Produkt I zu ergeben.

[0077] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 0.97 Gew.-Teile Produkt I umfasst, hergestellt. Die Zusammensetzung wurde dann bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzung wurde in verschiedenen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet (siehe Tabelle 15).

Die Herstellung von Produkt J

[0078] Ein Kolben wurde mit Tetraisopropyltitanat (71 g, Tilcom® TIPT von ICI Vertec) gegeben und in ein kaltes Wasserbad gestellt. Ethylacetacetat (65 g) wurde über einen Zeitraum von einer Stunde, während die Mischung gerührt wurde, hinzugegeben. Im Anschluss an die Zugabe von Ethylacetacetat wurde Butylsäurephosphat (22.8 g, 0.5 mol) zu der Mischung unter kräftigem Rühren hinzugegeben. Das resultierende Produkt war eine schwach rote Flüssigkeit. Der verdrängte Alkohol (40.8 g, Isopropanol) wurde dann an einem Rotationsverdampfer entfernt, um eine rote Flüssigkeit (118.0 g) zu ergeben. Diese Flüssigkeit wurde dann mit zusätzlichem Ethylacetacetat (65 g) gemischt, um Produkt J zu ergeben.

[0079] Um das Produkt zu beurteilen, wurde eine Zusammensetzung, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 1.02 Gew.-Teile Produkt J umfasst, hergestellt. Die Zusammensetzung wurde dann bei 45°C gelagert und die Viskosität der Zusammensetzung wurde in verschiedenen Intervallen unter Verwendung eines Brookfield Viskosimeters getestet. Die Ergebnisse für Produkt I und Produkt J sind in unten Tabelle 15 in Pa s gezeigt.

TABELLE 15

Zeit (Tage)	Produkt I	Produkt J
0	0.220	0.220
10	0.440	0.389
40	0.220	0.220
60	0.880	0.580
80	1.360	1.040

BEISPIEL 6

[0080] Eine Probe von Produkt A, die wie in Beispiel 1 beschrieben hergestellt wird, wurde mit Ethylacetacetat im Verhältnis von 4 mol Ethylacetacetat zu 1 mol Produkt A gemischt (Test).

[0081] Eine Vergleichsprobe wurde aus 1 mol Titanacetylacetonat (Tyzor AA 105, erhältlich von DuPont de Nemours) und 3 mol Cetylacetacetat hergestellt (Vergleich).

[0082] Um diese Produkte zu beurteilen, wurde eine Anzahl von Zusammensetzungen, die 100 Gew.-Teile Polyisocyanat (polymeres MDI, SUPRASEC DNR, erhältlich von Imperial Chemical Industries) und 1 Gew.-Teil des Produktes umfassen, hergestellt (siehe Tabelle 16 unten).

TABELLE 16

Probe	Gew.-Teile	Gew.-Teile Suprasec DNR
Test	2.2	100
Vergleich	4	100
Referenz	0	100

[0083] Diese Zusammensetzungen wurden verwendet, um Nadelholzstränge mit 9% Bindemittelbeladung, bezogen auf trockenes Holz, zu binden. Platten von 12 × 450 × 450 mm und einer Dichte von 720 kg/m³ wurden unter Verwendung der oben genannten Zusammensetzungen hergestellt und enthielten ebenfalls eine Leimwachsemulsion (SPG 60, erhältlich von Condea Chemie) mit 1% Beladung (festes Wachs), bezogen auf trockenes Holz. Der Vorpress-Feuchtigkeitsgehalt war 10% und die Presstemperatur 170°C. Die folgenden Eigenschaften wurden unter Verwendung der oben aufgelisteten Bindemittelzusammensetzungen erhalten.

TABELLE 17

Reinheit (Einheit)	Test	Vergleich	Referenz
Interne Bindung (IB) (kPa)	1154	1235	1349
2h siedend IB (V100) (kPa)	318	534	526
Anschwelldicke (%)	12.4	13.8	11

[0084] Die durchschnittlichen Standardabweichungen waren 200 kPa für IB, 80 kPa für V100 IB und 2% für die Anschwelldicke.

BEISPIEL 7

[0085] Platten wurden ebenfalls unter Verwendung von Produkt A und Ethylacetacetat in unterschiedlichen Verhältnissen (Tabelle 18) hergestellt, um die Trennleistung der Polyisocyanatzusammensetzungen zusammen mit einem externen Spray eines Polyolefintrennmittels (Rubilon™ 603, erhältlich von Imperial Chemical Industries) zu bestimmen. Für das Experiment wurde die Konzentration des Wachses in der Trennmittlemulsion durch Hinzufügen von Wasser angepasst. Um die Art des Fehlers zu reproduzieren, wurde das Aufsprühen des Trennmittels ab der siebten Wiederholung beendet. Man nimmt an, dass eine Trennrate (siehe unten) von 3 einen katastrophalen Fehler unter Anlagebedingungen verursachen wird. Die Ergebnisse sind in unten Tabelle 19 zusammengefasst.

TABELLE 18

Probe	Produkt A Gew.-%	Ethylacetacetat Gew.-%	Trennmittel Gew.-%
A1	0.22	0.18	0.5
A2	0.22	0.18	1.22
A3	0.22	0.18	3
A4	0.5	0.4	0.5
A5	0.5	0.4	1.22
A6	0.5	0.4	3
Referenz	0	0	3

TABELLE 19

Probe	A1	A2	A3	A4	A5	A6	Referenz
Anzahl der Wiederholungen	Trennrate						
1	4	4.5	4.5	5	5	5	4
2	4.5	5	4	5	5	5	4.5
3	4	4.5	4.5	5	5	5	4.5
4	4.5	5	5	4.5	4.5	5	4.5
5	4.5	5	5	5	5	5	5
6	4	5	4.5	4.5	5	4	4.5
7	4.5	5	5	5	5	5	4.5
8	4	4.5	4.5	5	5	5	4.5
9	4.5	4.5	4.5	4.5	5	5	4
10	4.5	4	4.5	4	5	5	3

[0086] Die Trennrate wird ein Wert von 1 bis 5 mit der folgenden Bedeutung angegeben:

- 1 vollständiges Zusammenkleben, Platte kann nicht ohne Zerstörung der Platte entfernt werden
- 2 Festkleben mit Holzdefekt größer als 50%
- 3 Festkleben mit Holzdefekt kleiner als 25%, aber höher als 50%
- 4 Festkleben mit Holzdefekt kleiner als 5%. Eine geringe Kraft wird benötigt, um die Platte zu entfernen.
- 4.5 Festkleben ohne Holzdefekt, hängende Platte. Keine Anstrengung wird benötigt, um die Platte zu entfernen.
- 5 Perfekte Trennung, die Platte löst sich spontan

[0087] Die Ergebnisse von Tabelle 19 zeigen, dass eine Menge von Produkt A von 0.5 Gew.-Teilen, bezogen auf das Isocyanat, bis zu 10 mal eine Verdünnung der Trennmittlemulsion erlaubt.

Patentansprüche

1. Eine Polyisocyanatzusammensetzung, die eine Titan-, Zirkon- oder Hafniumzusammensetzung umfasst, die ein Komplex von wenigstens einem Metall, das aus der Gruppe, die aus Titan, Zirkonium und Hafnium besteht, ausgewählt wird, und einem Acetacetatester ist, wobei das molare Verhältnis von Ti, Zr oder Hf

zum Acetacetatester im Bereich von 1:2.5 bis 1:10 ist und wobei der Acetacetatester ein Ester eines Alkohols mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen ist.

2. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 1, bei der der Komplex ein Titankomplex mit einem molaren Verhältnis von Titan zum Acetacetatester im Bereich von 1:2.5 bis 1:8 ist.

3. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 2, bei der das molare Verhältnis von Ti zum Acetacetatester im Bereich von 1:3 bis 1:6 ist.

4. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 1, bei der der Komplex ein Zirkoniumkomplex oder ein Hafniumkomplex mit einem molaren Verhältnis von Zr oder Hf zum Acetacetatester im Bereich von 1:4.5 bis 1:10 ist.

5. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 4, bei der das molare Verhältnis von Zr oder Hf zum Acetacetatester im Bereich von 1:4.5 bis 1:8 ist.

6. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der der Acetacetatester Ethylacetat ist.

7. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der der Komplex aus Titan-, Zirkonium- oder Hafniumalkoxid mit der allgemeinen Formel $M(OR)_4$, bei der M Ti, Zr oder Hf ist und R ein substituiertes oder unsubstituiertes, cyclisches oder lineares, Alkyl, Alkenyl, Aryl oder eine Alkyl-Arylgruppe ist, hergestellt worden ist.

8. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 7, bei der R bis zu 6 Kohlenstoffatome enthält.

9. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, bei der der Komplex aus einem kondensierten Titan-, Zirkonium- oder Hafniumalkoxid mit der allgemeinen Formel $RO[M(OR)_2O]_xR$, bei der M Ti, Zr oder Hf ist, X eine ganze Zahl ist und R ein substituiertes oder unsubstituiertes, cyclisches oder lineares Alkyl, Alkenyl, Aryl oder eine Alkyl-Arylgruppe ist, hergestellt worden ist.

10. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 9, bei der der durchschnittliche Wert von X im Bereich von 2 bis 16 liegt.

11. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der der Komplex aus einem Alkoxid oder kondensiertem Alkoxid hergestellt wird und verdrängter Alkohol entfernt wird.

12. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der der Komplex in einer Menge im Bereich von 0.01 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, vorliegt.

13. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 12, bei der die Menge des Komplexes im Bereich von 0.2 bis 7 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, liegt.

14. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das Polyisocyanat Diphenylmethandiisocyanat oder eine Mischung von methylenverbrückten Polyphenylpolyisocyanaten ist.

15. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, die zusätzlich ein Trennmittel umfasst.

16. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 15, bei der der Komplex in einer Menge im Bereich von 0.2 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, vorliegt, und das Trennmittel in einer Menge im Bereich von 0.2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Polyisocyanat, vorliegt.

17. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 15 oder 16, bei der das Trennmittel ein Polysiloxan, eine gesättigte Fettsäure, eine ungesättigte Fettsäure, ein Fettsäureamid, ein Fettsäureester oder ein Polyolefinwachs ist.

18. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 15 bis 17, bei der das Trennmittel ein oxidiertes Polyethylenwachs oder ein oxidiertes Polypropylenwachs ist.

19. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche, die zusätzlich ein Verdünnungsmittel umfasst.
20. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 19, bei der das Verdünnungsmittel ein Phthalat, ein aliphatisches Carboxylat, ein Fettsäureester, Leinsamenöl oder Sojabohnenöl ist.
21. Eine Polyisocyanatzusammensetzung gemäß Anspruch 20, bei der das Verdünnungsmittel in einer Menge im Bereich von 1 bis 40 Gew.-Teilen pro 100 Gew.-Teilen des Polyisocyanats vorliegt.
22. Ein Verfahren zum Binden eines Lignocellulosematerials, das die Schritte umfasst:
(a) In-Kontakt-Bringen des Lignocellulosematerials mit einer Polyisocyanatzusammensetzung, die eine Titan-, Zirkon- oder Hafniumzusammensetzung, welche ein Komplex von wenigstens einem Metall, das aus der Gruppe, die aus Titan, Zirkonium und Hafnium besteht, ausgewählt wird, und einem Acetacetatester umfasst, wobei das molare Verhältnis von Ti, Zr oder Hf zum Acetacetatester im Bereich von 1:2.5 bis 1:10 liegt und der Acetacetatester ein Ester eines Alkohols mit 1 bis 6 Kohlenstoffatome ist und
(b) anschließendes Abbindenlassen des Materials.
23. Ein Verfahren gemäß Anspruch 22, bei dem die Polyisocyanatzusammensetzung mit dem Lignocellulosematerial in Kontakt gebracht wird und die dabei gebildete Kombination zwischen zwei Metallplatten bei einer Temperatur im Bereich von 150°C bis 250°C und einem spezifischen Druck im Bereich von 2 bis 6 MPa heißgepresst wird.
24. Ein Verfahren gemäß Anspruch 22 oder 23, bei dem die Polyisocyanatzusammensetzung in einer solchen Menge verwendet wird, um ein Gewichtsverhältnis des Polyisocyanats zum Lignocellulosematerial im Bereich von 0.1:99.9 bis 20:80 zu ergeben.
25. Ein Verfahren gemäß einem der Ansprüche 22 bis 24, bei dem ein Trennmittel auf die Oberfläche des mit Lignocellulosematerial behandelten Polyisocyanats oder auf die Oberfläche der Pressmetallplatte vor dem Heißpressen der Kombination aufgetragen wird.
26. Ein Verfahren gemäß Anspruch 25, bei dem das Trennmittel eine wässrige Emulsion eines Polyolefinwachses oder einer Mischung von Polyolefinwachsen ist.
27. Ein Verfahren gemäß Anspruch 26, bei dem das Polyolefinwachs ein oxidiertes Polyethylenwachs oder ein oxidiertes Polypropylenwachs ist.
28. Ein Verfahren gemäß Anspruch 26 oder 27, bei dem die Emulsion des Polyolefinwachses einen Gesamtfeststoffgehalt von 0.2 bis 10 Gew.-% hat.
29. Ein Verfahren gemäß einem der Ansprüche 25 bis 28, bei dem das Trennmittel ein Polyolefinwachs ist und in einer Menge, die ausreicht, um eine Bedeckung von 0.01 bis 1 mg Polyolefinwachs pro cm² des Lignocellulosematerials oder der Pressmetalloberfläche bereitzustellen, aufgetragen wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen