

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
15. Januar 2009 (15.01.2009)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2009/007037 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
F26B 3/347 (2006.01)

Hahner Str. 78, 51766 Engelskirchen (DE). **HEPPERLE, Jens** [DE/DE]; Thümchenswall 81, 50668 Köln (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/005350

(74) **Gemeinsamer Vertreter:** **BAYER MATERIALSCIENCE AG**; Law and Patents, Patents and Licensing, 51368 Leverkusen (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:
1. Juli 2008 (01.07.2008)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) **Angaben zur Priorität:**
07013548.8 11. Juli 2007 (11.07.2007) EP
07016605.3 24. August 2007 (24.08.2007) EP
07020541.4 19. Oktober 2007 (19.10.2007) EP

(81) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(71) **Anmelder** (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): **BAYER MATERIALSCIENCE AG** [DE/DE]; 51368 Leverkusen (DE).

(84) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(72) **Erfinder; und**

(75) **Erfinder/Anmelder** (*nur für US*): **NIESTEN, Meike** [NL/DE]; Morgengraben 2, 51061 Köln (DE). **HO-FACKER, Steffen** [DE/DE]; Auf dem Heidchen 31a, 51519 Odenthal (DE). **RISCHE, Thorsten** [DE/DE]; Am Südfriedhof 3, 59423 Unna (DE). **DÖRR, Sebastian** [DE/DE]; Weststrasse 6, 40597 Düsseldorf (DE). **KRÄMER, Thorsten** [DE/DE]; Louveciennesstrasse 15, 40764 Langenfeld (DE). **KEMPKE, Hartwig** [DE/DE];

Veröffentlicht:
— *mit internationalem Recherchenbericht*

(54) **Title:** METHOD FOR THE DRYING OF FOAMS COMPOSED OF AQUEOUS PU DISPERSIONS

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR TROCKNUNG VON SCHÄUMEN AUS WÄSSRIGEN PUR-DISPERSIONEN

(57) **Abstract:** The invention relates to the drying of foams by means of microwave radiation, where the foams are obtained from aqueous polyurethane dispersions (PU dispersions).

(57) **Zusammenfassung:** Die Erfindung betrifft die Trocknung von Schäumen mittels Mikrowellenstrahlung, welche aus wässrigen Polyurethan-Dispersionen (PUR-Dispersionen) erhalten werden.



WO 2009/007037 A1

Verfahren zur Trocknung von Schäumen aus wässrigen PUR-Dispersionen

Die Erfindung betrifft die Mikrowellentrocknung von Schäumen, welche bevorzugt aus wässrigen PUR-Dispersionen erhalten werden.

Bei der Beschichtung von Substraten werden zunehmend wässrige Bindemittel, insbesondere Polyurethan-Dispersionen verwendet.

Polyurethan Dispersionen sind aufgrund ihrer exzellenten Verschäumbarkeit und den vorteilhaften Eigenschaften daraus hergestellter Beschichtungen und Schäume wie guter Abriebfestigkeit, Kratz-, Knick- und Hydrolysebeständigkeit für Anwendungen im Bereich Polstermöbel, Arbeitsschutz und Autoinnenausstattung besonders geeignet. So ist es möglich in nur einem Arbeitsgang Schaumauflagen mit vergleichsweise hoher Schichtstärke herzustellen, wie sie ansonsten nur mit lösemittelhaltigen high solids Beschichtungsmitteln möglich sind (DE 10 2004 060 139).

Da Schäume auf Basis wässriger Polyurethan-Dispersionen außerdem weitestgehend frei von organischen Lösemitteln und Isocyanat-Monomeren sind, können sie ohne weitere Vorbehandlung oder Aufreinigung auch für kosmetische und medizinische Anwendungen eingesetzt werden.

Schäume aus wässrigen PUR-Dispersionen werden typischerweise durch Aufschäumen, Auftrag des Schaumes auf einen Träger und anschließende physikalische Trocknung hergestellt. Zur Beschleunigung der Trocknung wird üblicherweise warme Luft verwendet. Diese Technik des Trocknens eignet sich allerdings nur für Schaumstärken von maximal 3 mm bezogen auf die zu trocknende feuchte Schaumlage. Bei Lagen größerer Stärke tritt das Problem auf, dass der Schaum nur noch oberflächlich antrocknet und Feuchtigkeit aus dem Inneren zunehmend schwerer entweichen kann. Dies führt zu einem inhomogenen und zeitlich zum teil stark verzögerten Trocknungsverhalten.

Es bestand daher Bedarf an einem Verfahren zur Trocknung von Schäumen aus wässrigen PUR-Dispersionen, welches auch bei Nass-Schaumstärken von mehr als 3 mm in angemessener Zeit und unter Erhalt der Schaumstruktur zu homogen, d.h., über den gesamten Schaumquerschnitt, getrockneten Schäumen führt.

Die Trocknung wässriger Lacke, insbesondere Lacke auf Basis von wässrigen Polyurethan Dispersionen mittels Mikrowellen-Strahlung ist beispielsweise aus EP-A 880 001, DE-A 4 121 203 oder US 2004/0253452 bekannt. Dabei handelt es sich jedoch stets um Lackfilme mit Schichtdicken von maximal 100 µm, welche üblicherweise blasenfrei, also ohne jegliche Art von Schaumstrukturen sind.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, dass sich Mikrowellenstrahlung auch dazu eignet, Schäume, welche aus wässrigen PUR-Dispersionen hergestellt sind, unter Erhalt ihrer Schaumstruktur zu trocknen, wobei eine gleichmäßige Trocknung des Schaumes über den gesamten Schaumquerschnitt erzielt werden kann.

- 5 Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Trocknung von wasserfeuchten Schäumen, bevorzugt solchen, die aus wässrigen PUR-Dispersionen und gegebenenfalls weiteren Bestandteilen durch Aufschäumen erhältlich sind, in dem der feuchte Schaum Mikrowellenstrahlung ausgesetzt wird.

10 Trocknung im Rahmen der vorliegenden Erfindung meint die Senkung des Wassergehaltes an einem zu trocknenden Schaum.

Wasserfeucht im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindungen meint einen Wasseranteil bezogen auf den Gesamtschaum von wenigstens 10 Gew.-%, bevorzugt 15 bis 60 Gew.-%, besonders bevorzugt 35 bis 60 Gew.-%.

15 Unter Mikrowellenstrahlung im Rahmen der Erfindung wird eine elektromagnetische Strahlung im Wellenlängenbereich von 300 MHz bis 300 GHz verstanden. Bevorzugt sind Strahlungen in den Frequenzbereichen 2,0 bis 3,0 GHz sowie 0,8 bis 1,5 GHz. Besonders bevorzugte Frequenzen betragen 2,2 bis 2,6 sowie 0,85 bis 1,0 GHz. Ganz besonders bevorzugt sind die Frequenzen 2,45 GHz ($\pm 0,1$ GHz) und 0,915 GHz ($\pm 0,05$ GHz).

20 Als wässrige PUR-Dispersionen, welche den zu trocknenden Schäumen zugrunde liegen, eignen sich sämtliche dem Fachmann an sich bekannten Dispersionen von Polyurethanen und/oder Polyurethan-Polyharnstoffen in wässrigen Medien.

Bevorzugt sind Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersionen.

Bevorzugt weisen die PUR-Dispersionen Feststoffgehalte von 40 bis 63 Gew.-% auf.

Solche PUR-Dispersionen sind bevorzugt erhältlich, in dem

- 25 A) isocyanatfunktionelle Prepolymere aus
- a1) aliphatischen oder cycloaliphatischen Polyisocyanaten
 - a2) polymeren Polyolen mit zahlenmittleren Molekulargewichten von 400 bis 8000 g/mol und OH-Funktionalitäten von 1,5 bis 6,

- a3) gegebenenfalls hydroxyfunktionellen, ionischen oder potentiell ionischen und/oder nichtionischen Hydrophilierungsmitteln,
hergestellt werden,
- B) deren freie NCO-Gruppen dann ganz oder teilweise mit
- 5 b1) aminofunktionellen Verbindungen mit Molekulargewichten von 32 bis 400 g/mol und/oder
- b2) aminofunktionellen, ionischen oder potentiell ionischen Hydrophilierungsmitteln
- unter Kettenverlängerung umgesetzt werden und die Prepolymere vor während oder nach Schritt B) in Wasser dispergiert werden, wobei gegebenenfalls enthaltene potentiell ionische
- 10 Gruppen durch teilweise oder vollständige Umsetzung mit einem Neutralisationsmittel in die ionische Form überführt werden können.

Isocyanatreaktive Gruppen sind beispielsweise Amino-, Hydroxy- oder Thiolgruppen.

In a1) werden typischerweise 1,6-Hexamethyldiisocyanat, Isophorondiisocyanat, die isomeren Bis-(4,4'-isocyanatocyclohexyl)methane sowie deren Mischungen eingesetzt.

- 15 Ebenso möglich ist die Verwendung modifizierter Diisocyanate mit Uretidion-, Isocyanurat-, Urethan-, Allophanat-, Biuret-, Iminooxadiazindion- und/oder Oxadiazintrionstruktur sowie die von nicht-modifizierten Polyisocyanaten mit mehr als 2 NCO-Gruppen pro Molekül wie 4-Isocyanatomethyl-1,8-octandiisocyanat (Nonantriisocyanat) oder Triphenylmethan-4,4',4'-triisocyanat.
- 20 Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Verbindungen der Komponente a1) um Polyisocyanate oder Polyisocyanatgemische der vorstehend genannten Art mit ausschließlich aliphatisch und/oder cycloaliphatisch gebundenen Isocyanatgruppen und einer mittleren NCO-Funktionalität der Mischung von 2 bis 4, bevorzugt 2 bis 2,6 und besonders bevorzugt 2 bis 2,4.

- Als Komponenten in a2) werden polymere Polyole mit zahlenmittleren Molekulargewichten von
- 25 400 bis 6000 g/mol, besonders bevorzugt von 600 bis 3000 g/mol eingesetzt. Diese weisen bevorzugt OH-Funktionalitäten von 1,8 bis 3, besonders bevorzugt von 1,9 bis 2,1 auf.

Bei solchen polymeren Polyolen, die in der Polyurethanlacktechnologie an sich bekannt sind, handelt es sich um Polyesterpolyole, Polycarbonatpolyole, Polyetherpolyole, Polyacrylatpolyole, Po-

lyesterpolycarbonatpolyole und Polyethercarbonatpolyole. Diese können in a2) einzeln oder in beliebigen Mischungen untereinander eingesetzt werden.

Bei den eingesetzten polymeren Polyolen der vorgenannten Art handelt es sich bevorzugt um solche mit aliphatischem Grundgerüst. Bevorzugt werden aliphatische Polycarbonatpolyole, Polyesterpolyole, Polyetherpolyole oder beliebige Mischungen daraus eingesetzt.

Bevorzugte Ausführungsformen der bevorzugt einzusetzenden PUR-Dispersionen enthalten als Komponente a2) eine Mischung aus Polycarbonatpolyolen und Polytetramethylenglykolpolyolen, wobei der Anteil in der Mischung von 35 bis 70 Gew.-% an Polytetramethylenglykolpolyolen und 30 bis 65 Gew.-% an Polycarbonatpolyolen beträgt, mit der Maßgabe, dass die Summe der Gewichtsprozent der Polycarbonat- und Polytetramethylenglykolpolyole 100 Gew.-% ergibt.

Unter hydroxyfunktionellen, ionischen oder potentiell ionischen Hydrophilierungsmitteln a3) werden sämtliche Verbindungen verstanden, die mindestens eine isocyanatreaktive Hydroxylgruppe sowie mindestens eine Funktionalität, wie z.B. $-\text{COOY}$, $-\text{SO}_3\text{Y}$, $-\text{PO}(\text{OY})_2$ (Y beispielsweise = H^+ , NH_4^+ , Metallkation), $-\text{NR}_2$, $-\text{NR}_3^+$ (R = H, Alkyl, Aryl), aufweisen, die bei Wechselwirkung mit wässrigen Medien ein pH-Wert-abhängiges Dissoziationsgleichgewicht eingeht und auf diese Weise negativ, positiv oder neutral geladen sein kann.

Geeignete ionisch oder potentiell ionisch hydrophilierende Verbindungen entsprechend der Definition der Komponente a3) sind z.B. Mono- und Dihydroxycarbonsäuren, Mono- und Dihydroxysulfonsäuren, sowie Mono- und Dihydroxyphosphonsäuren und ihre Salze wie Dimethylolpropionsäure, Dimethylolbuttersäure, Hydroxypivalinsäure, Äpfelsäure, Zitronensäure, Glykolsäure, Milchsäure, das propoxylierte Addukt aus 2-Butendiol und NaHSO_3 , z.B. beschrieben in der DE-A 2 446 440 (Seite 5-9, Formel I-III) sowie Verbindungen, die in kationische Gruppen überführbare, z.B. Amin-basierende, Bausteine wie N-Methyl-diethanolamin als hydrophile Aufbaukomponenten enthalten.

Bevorzugte ionische oder potentiell ionische Hydrophilierungsmittel der Komponente a3) sind solche der vorstehend genannten Art, die anionisch, bevorzugt über Carboxy- oder Carboxylat- und/oder Sulfonatgruppen hydrophilierend wirken.

Besonders bevorzugte ionische oder potentiell ionische Hydrophilierungsmittel sind solche, die Carboxyl- und/oder Sulfonatgruppen als anionische oder potentiell anionische Gruppen enthalten, wie die Salze von der Dimethylolpropionsäure oder Dimethylolbuttersäure.

Geeignete nichtionisch hydrophilierende Verbindungen der Komponente a3) sind z.B. Polyoxyalkylenether, die mindestens eine Hydroxygruppe als isocyanatreaktive Gruppe enthalten.

Beispiele sind die monohydroxyfunktionellen, im statistischen Mittel 5 bis 70, bevorzugt 7 bis 55 Ethylenoxideinheiten pro Molekül aufweisenden Polyalkylenoxidpolyetheralkohole, wie sie in an sich bekannter Weise durch Alkoxylierung geeigneter Startermoleküle zugänglich sind (z.B. in Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 19, Verlag Chemie, Weinheim S. 31-38).

Diese sind entweder reine Polyethylenoxidether oder gemischte Polyalkylenoxidether, wobei sie mindestens 30 mol-%, bevorzugt mindestens 40 mol-% bezogen auf alle enthaltenen Alkylenoxideinheiten an Ethylenoxideinheiten enthalten.

Besonders bevorzugte nichtionische Verbindungen sind monofunktionelle gemischte Polyalkylenoxidpolyether, die 40 bis 100 mol-% Ethylenoxid- und 0 bis 60 mol-% Propylenoxideinheiten aufweisen.

Geeignete Startermoleküle für solche nichtionischen Hydrophilierungsmittel sind gesättigte Monoalkohole wie Methanol, Ethanol, n-Propanol, Isopropanol, n-Butanol, Isobutanol, sec-Butanol, die Isomeren Pentanole, Hexanole, Octanole und Nonanole, n-Decanol, n-Dodecanol, n-Tetradecanol, n-Hexadecanol, n-Octadecanol, Cyclohexanol, die isomeren Methylcyclohexanole oder Hydroxymethylcyclohexan, 3-Ethyl-3-hydroxymethyloxetan oder Tetrahydrofurfurylalkohol, Diethylenglykolmonoalkylether, wie beispielsweise Diethylenglykolmonobutylether, ungesättigte Alkohole wie Allylalkohol, 1,1-Dimethylallylalkohol oder Oleinalkohol, aromatische Alkohole wie Phenol, die isomeren Kresole oder Methoxyphenole, araliphatische Alkohole wie Benzylalkohol, Anisalkohol oder Zimtalkohol, sekundäre Monoamine wie Dimethylamin, Diethylamin, Dipropylamin, Diisopropylamin, Dibutylamin, Bis-(2-ethylhexyl)-amin, N-Methyl- und N-Ethylcyclohexylamin oder Dicyclohexylamin sowie heterocyclische sekundäre Amine wie Morpholin, Pyrrolidin, Piperidin oder 1H-Pyrazol. Bevorzugte Startermoleküle sind gesättigte Monoalkohole der vorstehend genannten Art. Besonders bevorzugt werden Diethylenglykolmonobutylether oder n-Butanol als Startermoleküle verwendet.

Für die Alkoxylierungsreaktion geeignete Alkylenoxide sind insbesondere Ethylenoxid und Propylenoxid, die in beliebiger Reihenfolge oder auch im Gemisch bei der Alkoxylierungsreaktion eingesetzt werden können.

Als Komponente b1) können Di- oder Polyamine wie 1,2-Ethylendiamin, 1,2- und 1,3-Diaminopropan, 1,4-Diaminobutan, 1,6-Diaminohexan, Isophorondiamin, Isomerengemisch von 2,2,4- und 2,4,4-Trimethylhexamethyldiamin, 2-Methylpentamethyldiamin, Diethylentriamin, und 4,4-Diaminodicyclohexylmethan und/oder Dimethylethyldiamin eingesetzt werden.

Darüber hinaus können als Komponente b1) auch Verbindungen, die neben einer primären Aminogruppe auch sekundäre Aminogruppen oder neben einer Aminogruppe (primär oder sekundär) auch OH-Gruppen aufweisen, eingesetzt werden. Beispiele hierfür sind primäre/sekundäre Amine, wie Diethanolamin, 3-Amino-1-Methylaminopropan, 3-Amino-1-Ethylaminopropan, 3-Amino-1-cyclohexylaminopropan, 3-Amino-1-Methylaminobutan, Alkanolamine wie N-Aminoethyl-
5 ethanolamin, Ethanolamin, 3-Aminopropanol, Neopentanolamin.

Ferner können als Komponente b1) auch monofunktionelle Aminverbindungen eingesetzt werden, wie beispielsweise Methylamin, Ethylamin, Propylamin, Butylamin, Octylamin, Laurylamin, Stearylamin, Isononyloxypropylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Dipropylamin, Dibutylamin, N-Methylaminopropylamin, Diethyl(methyl)aminopropylamin, Morpholin, Piperidin, bzw. geeignete
10 substituierte Derivate davon, Amidamine aus diprimären Aminen und Monocarbonsäuren, Monoketime von diprimären Aminen, primär/tertiäre Amine, wie N,N-Dimethylaminopropylamin.

Bevorzugt werden 1,2-Ethylendiamin, 1,4-Diaminobutan, Isophorondiamin und Diethylentriamin eingesetzt.

15 Unter ionisch bzw. potentiell ionisch hydrophilierenden Verbindungen der Komponente b2) werden sämtliche Verbindungen verstanden, die mindestens eine isocyanatreaktive Amino-Gruppe sowie mindestens eine Funktionalität, wie z.B. $-\text{COO}^-\text{Y}$, $-\text{SO}_3^-\text{Y}$, $-\text{PO}(\text{O}^-\text{Y})_2$ (Y beispielsweise = H^+ , NH_4^+ , Metallkation) aufweisen, die bei Wechselwirkung mit wässrigen Medien ein pH-Wertabhängiges Dissoziationsgleichgewicht eingeht und auf diese Weise positiv, negativ oder neutral
20 geladen sein kann.

Geeignete ionisch oder potentiell ionisch hydrophilierende Verbindungen sind zum Beispiel Mono- und Diaminocarbonsäuren, Mono- und Diaminosulfonsäuren sowie Mono- und Diaminophosphonsäuren und ihre Salze. Beispiele solcher ionischen bzw. potentiell ionischen Hydrophilierungsmittel sind N-(2-Aminoethyl)- β -alanin, 2-(2-Amino-ethylamino)-ethansulfonsäure, Ethylen-
25 diamin-propyl- oder -butylsulfonsäure, 1,2- oder 1,3-Propylendiamin- β -ethylsulfonsäure, Glycin, Alanin, Taurin, Lysin, 3,5-Diaminobenzoessäure und das Additionsprodukt von IPDI und Acrylsäure (EP-A 0 916 647, Beispiel 1). Weiterhin kann Cyclohexylaminopropansulfonsäure (CAPS) aus WO-A 01/88006 als anionisches oder potentiell anionisches Hydrophilierungsmittel verwendet werden.

30 Bevorzugte ionische oder potentiell ionische Hydrophilierungsmittel b2) sind solche, die Carboxyl- und/oder Sulfonatgruppen als anionische oder potentiell anionische Gruppen enthalten, wie die Salze von N-(2-Aminoethyl)- β -alanin, der 2-(2-Amino-ethylamino)-ethansulfonsäure oder des Additionsproduktes von IPDI und Acrylsäure (EP-A 0 916 647, Beispiel 1).

Zur Hydrophilierung wird bevorzugt eine Mischung aus anionischen bzw. potentiell anionischen Hydrophilierungsmitteln und nichtionischen Hydrophilierungsmitteln verwendet.

Das Verhältnis von NCO-Gruppen der Verbindungen aus Komponente a1) zu NCO-reaktiven Gruppen der Komponenten a2) bis a3) beträgt bei der Herstellung des NCO-funktionellen Prepolymers 1,2 bis 3,0, bevorzugt 1,3 bis 2,5.

Die aminofunktionellen Verbindungen in Stufe B) werden in solch einer Menge eingesetzt, dass das Äquivalentverhältnis von isocyanatreaktiven Aminogruppen dieser Verbindungen zu den freien Isocyanatgruppen des Prepolymers 50 bis 125 %, bevorzugt zwischen 60 bis 120 % beträgt.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden anionisch und nichtionisch hydrophilierte Polyurethandispersionen eingesetzt, wobei zu deren Herstellung die Komponenten a1) bis a3) und b1) bis b2) in den folgenden Mengen eingesetzt werden, wobei sich die Einzelmengen zu 100 Gew.-% aufaddieren:

10 bis 30 Gew.-% Komponente a1),

65 bis 85 Gew.-% a2),

15 0,5 bis 14 Gew.-% Summe der Komponente b1)

0,1 bis 13,5 Gew.-% Summe der Komponenten a3) und b2), wobei bezogen auf die Gesamtmengen der Komponenten a1) bis a3) 0,5 bis 3,0 Gew.-% an anionischen oder potentiell anionischen Hydrophilierungsmitteln verwendet werden.

Besonders bevorzugte Ausführungsformen der Polyurethan Dispersionen (I) enthalten als Komponente a1) Isophorondiisocyanat und/oder 1,6-Hexamethyldiisocyanat und/oder die isomeren Bis-(4,4'-isocyanatocyclohexyl)methane in Kombination mit a2) einer Mischung aus Polycarbonatpolyolen und Polytetramethylenglykolpolyolen.

Die Herstellung solcher Polyurethandispersionen kann in einer oder mehreren Stufe/-n in homogener oder bei mehrstufiger Umsetzung, teilweise in disperser Phase durchgeführt werden. Nach vollständig oder teilweise durchgeführter Polyaddition aus a1) bis a3) erfolgt ein Dispergier-, Emulgier- oder Lösungsschritt. Im Anschluss erfolgt gegebenenfalls eine weitere Polyaddition oder Modifikation in disperser Phase.

Dabei können alle aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren wie z. B. Prepolymermischverfahren, Acetonverfahren oder Schmelzdispergiervverfahren verwendet werden. Bevorzugt wird nach dem Aceton-Verfahren verfahren.

Für die Herstellung nach dem Aceton-Verfahren werden üblicherweise die Bestandteile a2) bis a3), die keine primären oder sekundären Aminogruppen aufweisen dürfen und die Polyisocyanatkomponente a1) zur Herstellung eines isocyanatfunktionellen Polyurethan-Prepolymers ganz oder teilweise vorgelegt und gegebenenfalls mit einem mit Wasser mischbaren aber gegenüber Isocyanatgruppen inerten Lösungsmittel verdünnt und auf Temperaturen im Bereich von 50 bis 120°C aufgeheizt. Zur Beschleunigung der Isocyanatadditionsreaktion können die in der Polyurethan-Chemie bekannten Katalysatoren eingesetzt werden.

Geeignete Lösungsmittel sind die üblichen aliphatischen, ketofunktionellen Lösemittel wie Aceton, 2-Butanon, die nicht nur zu Beginn der Herstellung, sondern gegebenenfalls in Teilen auch später zugegeben werden können. Bevorzugt sind Aceton und 2-Butanon.

Anschließend werden die gegebenenfalls zu Beginn der Reaktion noch nicht zugegebenen Bestandteile von a1) bis a3) zudosiert.

Die Umsetzung der Komponenten a1) bis a3) zum Prepolymer erfolgt teilweise oder vollständig, bevorzugt aber vollständig. Es werden so Polyurethan-Prepolymere, die freie Isocyanatgruppen enthalten, in Substanz oder in Lösung erhalten.

Im Anschluss wird in einem weiteren Verfahrensschritt, falls noch nicht oder nur teilweise geschehen das erhaltene Prepolymer mit Hilfe von aliphatischen Ketonen wie Aceton oder 2-Butanon gelöst.

Die aminischen Komponenten b1), b2), können gegebenenfalls in wasser- oder lösemittelverdünnter Form im erfindungsgemäßen Verfahren einzeln oder in Mischungen eingesetzt werden, wobei grundsätzlich jede Reihenfolge der Zugabe möglich ist.

Wenn Wasser oder organische Lösemittel als Verdünnungsmittel mitverwendet werden, so beträgt der Verdünnungsmittelgehalt in der in B) eingesetzten Komponente zur Kettenverlängerung bevorzugt 30 bis 95 Gew.-%.

Die Dispergierung erfolgt bevorzugt im Anschluss an die Kettenverlängerung. Dazu wird das gelöste und kettenverlängerte Polyurethanpolymer gegebenenfalls unter starker Scherung, wie z.B. starkem Rühren, entweder in das Dispergierwasser eingetragen oder es wird umgekehrt das Dispergierwasser zu den kettenverlängerte Polyurethanpolymerlösungen gerührt. Bevorzugt wird das Wasser in das gelöste kettenverlängerte Polyurethanpolymer gegeben.

Das in den Dispersionen nach dem Dispergierschritt noch enthaltene Lösemittel wird üblicherweise anschließend destillativ entfernt. Eine Entfernung bereits während der Dispergierung ist ebenfalls möglich.

Der Restgehalt an organischen Lösemitteln in den erfindungswesentlichen Dispersionen beträgt
5 typischerweise weniger als 1,0 Gew.-%, bevorzugt weniger als 0,3 Gew.-% bezogen auf die gesamte Dispersion.

Der pH-Wert der erfindungswesentlichen Dispersionen beträgt typischerweise weniger als 9,0, bevorzugt weniger als 8,0.

Bei der Herstellung der zu trocknenden Schäume können neben den PUR-Dispersionen auch
10 Schaumhilfsmittel (II), Verdicker (III) und sonstige Hilfs- und Zusatzstoffe (IV) mitverwendet werden.

Als Schaumhilfsmittel (II) sind handelsübliche Stabilisatoren geeignet, wie wasserlösliche Fettsäureamide, Sulfosuccinamide, Kohlenwasserstoffsulfonate, -sulfate oder Fettsäuresalze, wobei der lipophile Rest bevorzugt 12 bis 24 Kohlenstoffatome enthält, Alkylpolyglycoside etc.

15 Bevorzugte Schaumhilfsmittel (II) sind Alkansulfonate oder -sulfate mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen im Kohlenwasserstoffrest, Alkylbenzosulfonate oder -sulfate mit 14 bis 24 Kohlenstoffatomen im Kohlenwasserstoffrest oder Fettsäureamide oder Fettsäuresalze mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen.

Bei vorgenannten Fettsäureamiden handelt es sich vorzugsweise um Fettsäureamide von Mono-
20 oder Di-(C2-3-alkanol)-aminen. Fettsäuresalze können beispielsweise Alkalimetallsalze, Aminsalze oder unsubstituierte Ammoniumsalze sein.

Solche Fettsäurederivate basieren typischerweise auf Fettsäuren wie Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Ölsäure, Stearinsäure, Ricinolsäure, Behensäure oder Arachidinsäure, Kokosfettsäure, Talgfettsäure, Sojafettsäure und deren Hydrierungsprodukten.

25 Besonders bevorzugte Schaumhilfsmittel (II) sind Natriumlaurylsulfat, Sulfosuccinamide und Ammoniumstearate, sowie Mischungen daraus.

Verdicker (III) im Sinne der Erfindung sind Verbindungen, die es ermöglichen, die Viskosität der resultierenden Mischung aus I-IV so einzustellen, dass die Erzeugung und Verarbeitung des erfindungsgemäßen Schaumes begünstigt. Als Verdicker sind handelsübliche Verdicker geeignet, wie
30 beispielsweise natürliche organische Verdicker, z.B. Dextrine oder Stärke, organisch abgewandelte Naturstoffe, z.B. Celluloseether oder Hydroxy-ethylcellulose, organisch vollsynthetische, z.B.

Polyacrylsäuren, Polyvinylpyrrolidone, Poly(meth)acrylverbindungen oder Polyurethane (assoziative Verdicker) sowie anorganische Verdicker, z.B. Bentonite oder Kieselsäuren. Bevorzugt werden organisch vollsynthetische Verdicker eingesetzt. Besonders bevorzugt werden Acrylatverdicker verwendet, die vor der Zugabe gegebenenfalls weiter mit Wasser verdünnt werden. Bevorzugte handelsübliche Verdicker sind beispielsweise Mirox[®] AM (BGB Stockhausen GmbH, Krefeld, Deutschland), Walocel[®] MT 6000 PV (Wolff Cellulosics GmbH & Co KG, Walsrode, Deutschland), Rheolate[®] 255 (Elementies Specialities, Gent, Belgien), Collacral[®] VL (BASF AG, Ludwigshafen, Deutschland), Aristoflex[®] AVL (Clariant, Sulzbach, Deutschland)

Ggf. in Komponente (IV) enthaltene Hilfs- und Zusatzstoffe können z. B. oberflächenaktive Substanzen, Schleifwachse, interne Trennmittel, Füllstoffe, Farbstoffe, Pigmente, Flammschutzmittel, Hydrolyseschutzmittel, Mikrobizide, Verlaufshilfsmittel, Antioxidantien wie 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol, UV-Absorber vom Typ 2-Hydroxyphenyl-benzotriazol oder Lichtschutzmittel vom Typ der am Stickstoffatom substituierten oder unsubstituierten HALS-Verbindungen wie Tinuvin[®] 292 und Tinuvin[®] 770 DF (Ciba Spezialitäten GmbH, Lampertheim, DE) oder andere handelsübliche Stabilisierungsmittel, wie sie beispielsweise in „Lichtschutzmittel für Lacke“ (A. Valet, Vincentz Verlag, Hannover, 1996 und „Stabilization of Polymeric Materials“ (H. Zweifel, Springer Verlag, Berlin, 1997, Appendix 3, S. 181-213) beschrieben sind, oder beliebige Gemische dieser Verbindungen.

Üblicherweise werden bei der Schaumherstellung 80 bis 99,5 Gew.-% der PUR-Dispersion, 0 bis 10 Gew.-% der Komponente (II), 0 bis 10 Gew.-% der Komponente (III) eingesetzt, wobei die Mengenangaben auf die entsprechenden wasserfreien Komponenten (I) bis (III) bezogen sind und sich die Summe der wasserfreien Einzelkomponenten zu 100 Gew.-% addiert.

Bevorzugt werden bei der Schaumherstellung 80 bis 99,5 Gew.-% der PUR-Dispersion, 0,1 bis 10 Gew.-% der Komponente (II) und 0,1 bis 10 Gew.-% der Komponente (III) eingesetzt, wobei die Mengenangaben auf die entsprechenden wasserfreien Komponenten (I) bis (III) bezogen sind und sich die Summe der wasserfreien Einzelkomponenten zu 100 Gew.-% addiert.

Die Schaumherstellung kann durch Eintrag von Luft und/oder unter Einwirkung entsprechender Scherenergie (z.B. mechanisches Rühren) oder durch handelsübliche Treibmittel erfolgen. Bevorzugt wird der Eintrag von Luft unter Einwirkung entsprechender Scherenenergie.

Die geschäumte Zusammensetzung kann auf verschiedenste Arten und Weisen auf verschiedenste Oberflächen oder in Formen appliziert werden wie z.B. Gießen, Rakeln, Walzen, Streichen, Spritzen oder Sprühen; ebenso ist eine Formgebung durch ein Extrusionsverfahren möglich.

Während das geschäumte Material vor Trocknung eine bevorzugte Schaumdichte von 200 bis 900 g/l, insbesondere bevorzugt 250 bis 600 g/l aufweist, beträgt die Dichte der resultierenden Schäume nach der Trocknung vorzugsweise 50 bis 700 g/l, besonders bevorzugt 200 bis 550 g/l.

Die eigentliche Trocknung erfolgt durch Einwirkung von Mikrowellenstrahlung im Rahmen der vorstehend genannten Frequenzbereiche.

Die bei vorgenannten Frequenzen eingebrachte Leistung beträgt bevorzugt 250 bis 6000 W, besonders bevorzugt 500 bis 4000 W pro Kilogramm zu trocknenden Schaums.

Ferner ist es möglich neben der Nutzung von Mikrowellenstrahlung, auch eine Kombination aus Mikrowellenstrahlung und konventioneller thermischer Trocknung, durch Erwärmen des zu trocknenden Schaums mittels IR-Strahlung und/oder Heissluft anzuwenden. Dabei ist es unwesentlich, ob die beiden Trocknungsarten parallel zueinander oder nacheinander eingesetzt werden. Im Falle nacheinander abfolgender Trocknung mittels Mikrowellenstrahlung und thermischer Behandlung ist es bevorzugt, zuerst eine Trocknung mittels Mikrowellenstrahlung durchzuführen und anschließend die thermische Behandlung durchzuführen.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich Schäume bis zu einer Höhe von 50 mm homogen zu trocknen, wobei der Begriff Höhe bezogen ist auf diejenige Raumrichtung, in der der Schaum die geringste Ausdehnung hat.

In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens werden flächige Schäume, wie sie mittels Gießverfahren hergestellt werden können, mit einer Höhe von bis zu 30 mm getrocknet.

Ebenfalls bevorzugt ist die Trocknung von Schaumsträngen, wie sie bevorzugt bei der Extrusion erhalten werden, mit einer Höhe und Breite des Stranges von jeweils 1 bis 30 mm, bevorzugt einer Höhe von 5 bis 30 mm und einer Breite von 1 bis 30 mm.

Ferner ist die Trocknung von Schäumen, wie sie mittels Formgießverfahren erhalten werden können bevorzugt, wobei die Schäume jeweils bezogen auf Höhe Breite und Länge eine Ausdehnung von 1 bis 30 mm haben.

Die erfindungsgemäßen Schäume können auch in mehreren Schichten beispielsweise zur Erzeugung besonders hoher Schaumauflagen, auf die verschiedensten Substrate aufgetragen werden oder in Formen gegossen werden.

Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen geschäumten Zusammensetzungen auch in Kombination mit anderen Trägermaterialien wie z.B. textile Träger, Papier etc. eingesetzt werden, beispielsweise durch vorheriges Auftragen (z.B. Beschichten).

Beste Trocknungsergebnisse werden erzielt, wenn Schäume mit einer Höhe von 1 bis 30 mm, bevorzugt 1 bis 20 mm, wie Sie mittels Rakeln, Giessen oder Extrusion hergestellt werden können zur Trocknung eingesetzt werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht eine Reihe von neuen Applikationsformen wie Giess-
5 formgebung, Extrusion, gegebenenfalls mit anschließendem Schneiden. Besonders gute Schäumen erhält man außerdem, indem der ungetrocknete Schaum in einem Puderform, z.B. Stärke oder Kie- selsäure, gegossen werden und anschließend in der Mikrowelle getrocknet werden.

Zur Erzeugung höherer Schaumdicken können diese auch in mehreren Schichten auf die verschie- densten Substrate aufgetragen werden oder in Formen gegossen werden.

Beispiele:

Sofern nicht abweichend gekennzeichnet, beziehen sich alle Prozentangaben auf das Gewicht.

Die Bestimmung der Festkörpergehalte erfolgte nach DIN-EN ISO 3251.

NCO-Gehalte wurden, wenn nicht ausdrücklich anders erwähnt, volumetrisch gemäß DIN-EN
5 ISO 11909 bestimmt.

Verwendete Substanzen und Abkürzungen:

- | | | |
|----|-------------------------------|--|
| | Diaminosulfonat: | $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-SO}_3\text{Na}$ (45 %ig in Wasser) |
| | Desmophen [®] C2200: | Polycarbonatpolyol, OH-Zahl 56 mg KOH/g, zahlenmittleres Molekulargewicht 2000 g/mol (Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, DE) |
| 10 | PolyTHF [®] 2000: | Polytetramethylenglykolpolyol, OH-Zahl 56 mg KOH/g, zahlenmittleres Molekulargewicht 2000 g/mol (BASF AG, Ludwigshafen, DE) |
| | PolyTHF [®] 1000: | Polytetramethylenglykolpolyol, OH-Zahl 112 mg KOH/g, zahlenmittleres zahlenmittleres Molekulargewicht 1000 g/mol (BASF AG, Ludwigshafen, DE) |
| 15 | Polyether LB 25: | (monofunktionaler Polyether auf Ethylenoxid-/Propylenoxidbasis zahlenmittleres Molekulargewicht 2250 g/mol, OH-Zahl 25 mg KOH/g (Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, DE) |
| | Stokal [®] STA: | 30% Ammoniumstearate in Wasser, Schaumstabilisator (Bozzetto GmbH, Krefeld, DE) |
| 20 | Aristoflex AVL: | Dispersion of a polymeric sulfonic acid and emulsifiers in caprylic/capric acid triglyceride (Clariant, Muttenz, Switzerland) |
| | Loxanol K12P: | Natriumlaurylsulphat (Cognis, Düsseldorf, DE) |

Die Bestimmung der mittleren Teilchengrößen (angegeben ist das Zahlenmittel) der PUR-Dispersionen erfolgte mittels Laserkorrelations-Spektroskopie (Gerät: Malvern Zetasizer 1000,
25 Malver Inst. Limited).

Beispiel 1: PUR-Dispersion (Komponente I)

761,3 g Desmophen[®] C2200, 987,0 g PolyTHF[®] 2000, 375,4g PolyTHF[®] 1000 und 53,2 g Polyether LB 25 wurden auf 70°C aufgeheizt. Anschließend wurde bei 70°C innerhalb von 5 min ein Gemisch aus 237,0 g Hexamethylendiisocyanat und 313,2 g Isophorondiisocyanat zugegeben und
5 solange unter Rückfluss gerührt bis der theoretische NCO-Wert erreicht war. Das fertige Prepolymer wurde mit 4850 g Aceton bei 50°C gelöst und anschließend eine Lösung aus 1,8 g 25,1 g Ethylendiamin, 61,7 g Diaminosulfonat, 116,5 g Isophorondiamin und 1030 g Wasser innerhalb von 10 min zudosiert. Die Nachrührzeit betrug 10 min. Danach wurde durch Zugabe von 1061 g Wasser dispergiert. Es folgte die Entfernung des Lösemittels durch Destillation im Vakuum und es
10 wurde eine lagerstabile Dispersion mit einem Festkörpergehalt von 60% erhalten.

Beispiel 2 bis 7: Herstellung der erfindungsgemäßen Schäume

10000 g der aus Beispiel 1 erhaltenen Dispersion (I) wurden mit 90 g Loxanol K12P (II), 150 g Stokal STA (II), 150 g Aristoflex AVL (III) gemischt und anschließend durch Eintragen von Luft
15 mit Hilfe eines Hansamixer Top-Mix-K ((Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE) aufgeschäumt. Die erhaltene Schaumdichte betrug 500 g/l. Der Schaum wurde in 15 cm breiten Schichten von 3, 5, 8, 10, 13 und 15 mm auf ein Trennpapier (VEZ Mat, Sappi, Brüssel, Belgien) aufgezogen. Abschließend wurden die so hergestellten Schäume in einer Versuchsmikrowellenanlage MWT k/1,2-3 LK reg. der Firma EL-A Verfahrenstechnik (Heidelberg, DE) auf ein poröses Ge-
20 webe (Sefar Propyltex 05-1000/45mm Maschenweite, Sefar GmbH, Wasserburg, Deutschland) 5 cm oberhalb des Mikrowellenbodens gelegt und für 30 min bei 30 %iger Leistung (3,6 kW bei maximaler Leistung) getrocknet.

Figur 1 zeigt, dass unabhängig von der Schichtdicke nach 30 min Gewichtskonstanz der zu trocknenden Schäume zu beobachten war. Der dabei eingetretene Gewichtsverlust gegenüber dem
25 feuchten Schaummaterial entsprach dem aufgrund des enthaltenen Wassers zu erwartenden Wert.

Beispiel 8 bis 13: Vergleichsbeispiele

10000 g der aus Beispiel 1 erhaltenen Dispersion (I) wurden mit 90 g Loxanol K12P (II), 150 g Stokal STA (III), 150 g Aristoflex AVL (IV) gemischt und anschließend durch Eintragen von Luft
30 mit Hilfe eines Hansamixer Top-Mix-K ((Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE) aufgeschäumt. Die erhaltene Schaumdichte betrug 500 g/l. Der Schaum wurde in 15 cm breiten Schich-

ten von 3, 5, 8, 10, 13 und 15 mm auf ein Trennpapier (VEZ Mat, Sappi, Brüssel, Belgien) aufgezogen. Anschließend wurde das Material in einem Umluftofen mit einem Temperaturprofil von 60 °C (30 min), 90 °C (30 min) und 110°C (15 min) getrocknet.

Wie aus Figur 2 zu erkennen ist, konnte nach 75 min nur bei einer Schichtdicke von 3 mm überhaupt ein getrocknetes Material erhalten werden. Bei allen übrigen war nach 75 min noch keine Gewichtskonstanz bzw. das aufgrund des Wassergehalts zu erwartende Endgewicht des Trockenschaums erreicht worden. Unabhängig vom Trocknungsgrad besaßen alle Schäume eine unregelmäßige Schaumstruktur (wie z.B. Hohlräume und Blasen).

10 **Beispiel 14: Erfindungsgemäßes Beispiel (Extrusion)**

10000 g der aus Beispiel 1 erhaltenen Dispersion (I) wurden mit 90 g Loxanol K12P (III), 150 g Stokal STA (III), 150 g Aristoflex AVL (IV) gemischt und anschließend durch Eintragen von Luft mit Hilfe eines Hansamixer Top-Mix-K ((Hansa Industrie Mixer GmbH, Heiligenrode, DE) aufgeschäumt. Die erhaltene Schaumdichte betrug 500 g/l. Danach wurde 470 Gramm der geschäumten Paste durch einen Schlauch mit einem Durchmesser von 15 mm in Streifen auf Trennpapier (VEZ, Mat, Sappi, Brüssel, Belgien) aufgebracht und in einer Versuchsmikrowellenanlage MWT k/1,2-3 LK reg. der Fimal EL-A Verfahrenstechnologie (Heidelberg, DE) auf ein poröses Gewebe (Sefar Propyltex 05-1000/45mm Maschenweite, Sefar GmbH, Wasserburg, Deutschland) 5 cm oberhalb des Mikrowellenbodens gelegt und bei 30% Leistung (3,6 kW beim maximaler Leistung) für 30 Minuten getrocknet.

Dabei wurde ein Gewichtsverlust von 188 g (40 Gew.%) entsprechend der im Schaum ursprünglich enthaltenen Wassermenge gemessen. Der Schaum hatte eine feine gleichmäßige Struktur.

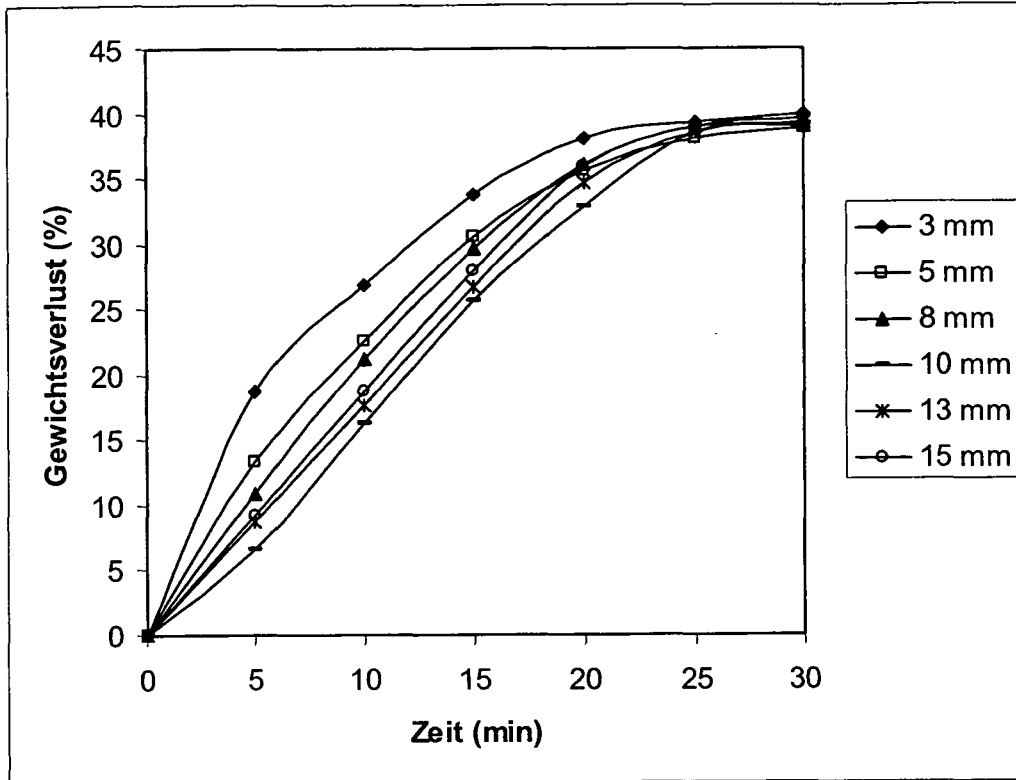
Patentansprüche:

1. Verfahren zur Trocknung von Schäumen, in dem der wasserfeuchte Schaum Mikrowellenstrahlung ausgesetzt wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der zu trocknende wasserfeuchte Schaum einen Wassergehalt von 15 bis 60 Gew.-% aufweist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, als Mikrowellenstrahlung elektromagnetische Strahlung mit einer Frequenz im Bereich von 2,0 bis 3,0 GHz oder 0,8 bis 1,5 GHz verwendet wird.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass parallel, vor oder nach der Trocknung mittels Mikrowellenstrahlung zusätzlich eine thermische Trocknung erfolgt.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der zu trocknende wasserfeuchte Schaum aus wässrigen PUR-Dispersionen und gegebenenfalls weiteren Bestandteilen durch Aufschäumen erhältlich ist.
6. Verfahren gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den PUR-Dispersionen um Polyurethan- oder Polyurethan-Polyharnstoff-Dispersionen mit Festgehalten von 40 bis 63 Gew.-% handelt.
7. Verfahren gemäß Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass diese PUR-Dispersionen erhältlich sind, in dem
 - A) isocyanatfunktionelle Prepolymere aus
 - a1) aliphatischen oder cycloaliphatischen Polyisocyanaten
 - a2) polymeren Polyolen mit zahlenmittleren Molekulargewichten von 400 bis 8000 g/mol und OH-Funktionalitäten von 1,5 bis 6,
 - a3) gegebenenfalls hydroxyfunktionellen, ionischen oder potentiell ionischen und/oder nichtionischen Hydrophilierungsmitteln,hergestellt werden,
 - B) deren freie NCO-Gruppen dann ganz oder teilweise mit

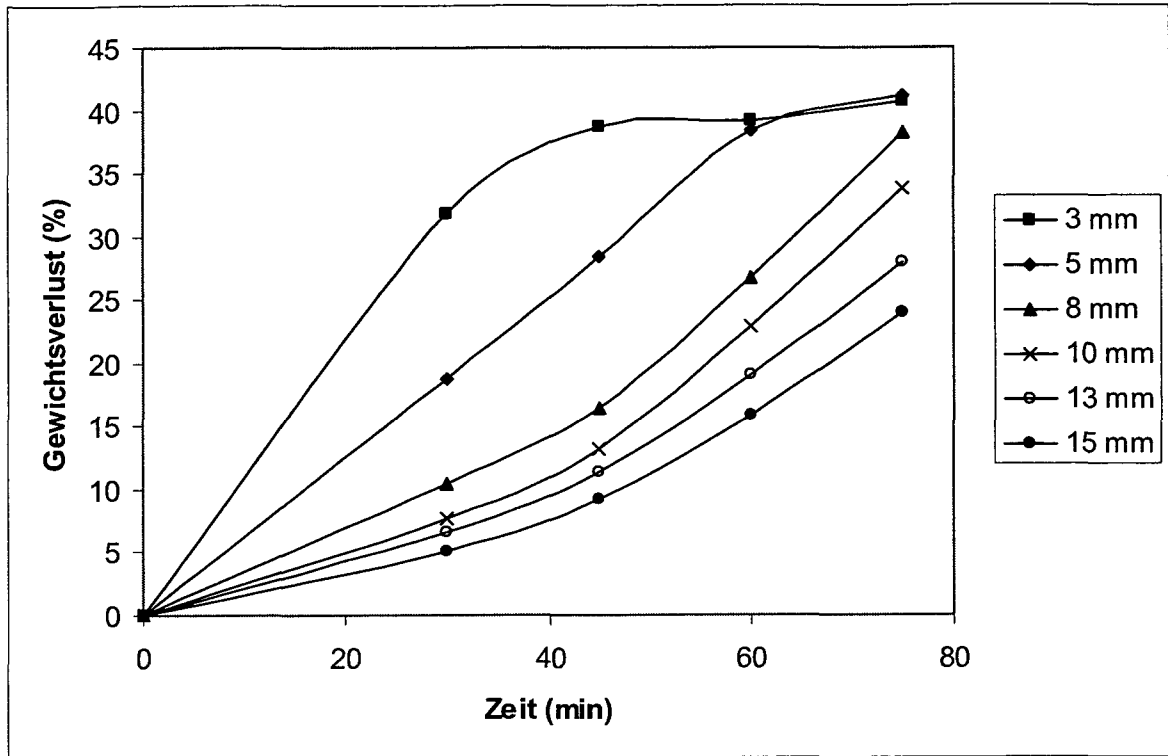
- b1) aminofunktionellen Verbindungen mit Molekulargewichten von 32 bis 400 g/mol und/oder
- b2) aminofunktionellen, ionischen oder potentiell ionischen Hydrophilierungsmitteln

5 unter Kettenverlängerung umgesetzt werden und die Prepolymere vor während oder nach Schritt B) in Wasser dispergiert werden, wobei gegebenenfalls enthaltene potentiell ionische Gruppen durch teilweise oder vollständige Umsetzung mit einem Neutralisationsmittel in die ionische Form überführt werden können.

- 8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Herstellung der PUR-Dispersionen als Komponente a1) Isophorondiisocyanat und/oder 1,6-Hexamethylendiisocyanat und/oder die isomeren Bis-(4,4'-isocyanatocyclohexyl)methane in Kombination mit a2) einer Mischung aus Polycarbonatpolyolen und Polytetramethylenglykolpolyolen eingesetzt werden.
- 10
- 9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die wasserfeuchten Schäume vor Trocknung eine Schaumdichte von 250 bis 600 g/l und nach der Trocknung eine Schaumdichte von 200 bis 550 g/l haben.
- 15
- 10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den wasserfeuchten Schäumen um flächige Schäume mit einer Höhe von maximal 30 mm, um strangförmige Schäume mit einer Höhe von 5 bis 30 mm und einer Breite von 1 bis 30 mm oder um Formkörper mit einer Ausdehnung jeweils bezogen auf Länge, Breite und Höhe von 1 bis 30 mm handelt.
- 20



Figur 1: Gewichtsverlust über die Zeit während Trocknung in der Mikrowelle in Abhängigkeit von der Schichtdicke.



Figur 2: Gewichtsverlust über die Zeit während Trocknung im Umluftofen in Abhängigkeit von der Schichtdicke.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/005350

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. F26B3/347

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

F26B D21F B29C B05D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 00/17248 A (HUNTSMAN ICI CHEM LLC [US]; HICKS DENIS ANDREW [BE]; BARKER MARTYN CHA) 30 March 2000 (2000-03-30)	1-5
Y	the whole document	6-8
Y	DE 10 2004 060139 A1 (BAYER MATERIALSCIENCE AG [DE]) 29 June 2006 (2006-06-29) cited in the application the whole document	6-8
X	US 4 391 765 A (LEE CHI-LONG ET AL) 5 July 1983 (1983-07-05) the whole document	1,3
X	DE 26 07 380 A1 (BAYER AG) 25 August 1977 (1977-08-25) page 14, paragraph 6	1,4
	-/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 Oktober 2008

Date of mailing of the international search report

31/10/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Silvis, Henk

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/005350

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 10 2005 000860 A1 (FRIMO GROUP GMBH [DE]; BASF AG [DE]; KRAUSS MAFFEI KUNSTSTOFFTECH [DE]) 20 July 2006 (2006-07-20) the whole document	1,10
A	DE 198 17 445 A1 (BOCK ORTHOPAED IND [DE]) 21 October 1999 (1999-10-21) the whole document	1
A	DE 14 84 192 A1 (FLEISCHMANN NICHOLAS) 5 February 1970 (1970-02-05) claim 5	1
A	JP 01 086416 A (HITACHI CABLE) 31 March 1989 (1989-03-31) abstract	
A	DE 102 38 996 A1 (HANSA IND MIXER GMBH & CO KG [DE]) 4 March 2004 (2004-03-04)	
A	DE 20 29 433 A1 (SINGER-COBBLE LTD) 23 December 1971 (1971-12-23)	
A	DE 197 07 136 A1 (MOELLER PLAST GMBH [DE]) 27 August 1998 (1998-08-27)	
A	EP 0 371 309 A (ILLBRUCK GMBH [DE]) 6 June 1990 (1990-06-06)	
A	US 3 265 780 A (LONG GEORGE B) 9 August 1966 (1966-08-09)	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2008/005350

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0017248 A	30-03-2000	AU 6084299 A	10-04-2000
DE 102004060139 A1	29-06-2006	BR PI0505497 A CA 2529349 A1 CN 1800232 A EP 1669382 A2 JP 2006199935 A KR 20060066656 A MX PA05013370 A US 2006128885 A1	12-09-2006 13-06-2006 12-07-2006 14-06-2006 03-08-2006 16-06-2006 15-06-2006 15-06-2006
US 4391765 A	05-07-1983	AU 564289 B2 AU 1625383 A BR 8303399 A CA 1186848 A1 DE 3370488 D1 EP 0099002 A1 ES 8405429 A1 JP 1727331 C JP 4016497 B JP 59012825 A MX 162441 A	06-08-1987 05-01-1984 07-02-1984 07-05-1985 30-04-1987 25-01-1984 16-09-1984 19-01-1993 24-03-1992 23-01-1984 10-05-1991
DE 2607380 A1	25-08-1977	BE 851698 A1 BR 7700994 A ES 456177 A1 GB 1517673 A IT 1083472 B JP 1085325 C JP 52103495 A JP 54006280 B NL 7701943 A SE 434161 B SE 7702008 A US 4129697 A	22-08-1977 18-10-1977 16-01-1978 12-07-1978 21-05-1985 25-02-1982 30-08-1977 27-03-1979 26-08-1977 09-07-1984 25-08-1977 12-12-1978
DE 102005000860 A1	20-07-2006	EP 1841578 A1 WO 2006072566 A1	10-10-2007 13-07-2006
DE 19817445 A1	21-10-1999	NONE	
DE 1484192 A1	05-02-1970	CH 424171 A DE 1913807 U GB 1113244 A IL 22459 A NL 6413489 A NO 126809 B US 3476634 A	15-11-1966 15-04-1965 08-05-1968 27-02-1969 20-05-1965 26-03-1973 04-11-1969
JP 1086416 A	31-03-1989	NONE	
DE 10238996 A1	04-03-2004	NONE	
DE 2029433 A1	23-12-1971	NONE	
DE 19707136 A1	27-08-1998	AU 6204598 A WO 9837130 A1 EP 0961807 A1	09-09-1998 27-08-1998 08-12-1999

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/EP2008/005350

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 19707136	A1		ES 2157118 T3 JP 3399544 B2 JP 2000509670 T US 6075063 A	01-08-2001 21-04-2003 02-08-2000 13-06-2000
EP 0371309	A	06-06-1990	DE 3840079 A1 JP 2263839 A US 5118722 A	07-06-1990 26-10-1990 02-06-1992
US 3265780	A	09-08-1966	GB 1032219 A	08-06-1966

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2008/005350

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. F26B3/347		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) F26B D21F B29C B05D		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 00/17248 A (HUNTSMAN ICI CHEM LLC [US]; HICKS DENIS ANDREW [BE]; BARKER MARTYN CHA) 30. März 2000 (2000-03-30)	1-5
Y	das ganze Dokument	6-8
Y	DE 10 2004 060139 A1 (BAYER MATERIALSCIENCE AG [DE]) 29. Juni 2006 (2006-06-29) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	6-8
X	US 4 391 765 A (LEE CHI-LONG ET AL) 5. Juli 1983 (1983-07-05) das ganze Dokument	1,3
X	DE 26 07 380 A1 (BAYER AG) 25. August 1977 (1977-08-25) Seite 14, Absatz 6	1,4
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden ** Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
21. Oktober 2008		31/10/2008
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Silvis, Henk

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/005350

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 10 2005 000860 A1 (FRIMO GROUP GMBH. [DE]; BASF AG [DE]; KRAUSS MAFFEI KUNSTSTOFFTECH [DE]) 20. Juli 2006 (2006-07-20) das ganze Dokument	1,10
A	DE 198 17 445 A1 (BOCK ORTHOPAED IND [DE]) 21. Oktober 1999 (1999-10-21) das ganze Dokument	1
A	DE 14 84 192 A1 (FLEISCHMANN NICHOLAS) 5. Februar 1970 (1970-02-05) Anspruch 5	1
A	JP 01 086416 A (HITACHI CABLE) 31. März 1989 (1989-03-31) Zusammenfassung	
A	DE 102 38 996 A1 (HANSA IND MIXER GMBH & CO KG [DE]) 4. März 2004 (2004-03-04)	
A	DE 20 29 433 A1 (SINGER-COBBLE LTD) 23. Dezember 1971 (1971-12-23)	
A	DE 197 07 136 A1 (MOELLER PLAST GMBH [DE]) 27. August 1998 (1998-08-27)	
A	EP 0 371 309 A (ILLBRUCK GMBH [DE]) 6. Juni 1990 (1990-06-06)	
A	US 3 265 780 A (LONG GEORGE B) 9. August 1966 (1966-08-09)	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/005350

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 0017248	A	30-03-2000	AU 6084299 A	10-04-2000
DE 102004060139	A1	29-06-2006	BR PI0505497 A	12-09-2006
			CA 2529349 A1	13-06-2006
			CN 1800232 A	12-07-2006
			EP 1669382 A2	14-06-2006
			JP 2006199935 A	03-08-2006
			KR 20060066656 A	16-06-2006
			MX PA05013370 A	15-06-2006
			US 2006128885 A1	15-06-2006
US 4391765	A	05-07-1983	AU 564289 B2	06-08-1987
			AU 1625383 A	05-01-1984
			BR 8303399 A	07-02-1984
			CA 1186848 A1	07-05-1985
			DE 3370488 D1	30-04-1987
			EP 0099002 A1	25-01-1984
			ES 8405429 A1	16-09-1984
			JP 1727331 C	19-01-1993
			JP 4016497 B	24-03-1992
			JP 59012825 A	23-01-1984
			MX 162441 A	10-05-1991
DE 2607380	A1	25-08-1977	BE 851698 A1	22-08-1977
			BR 7700994 A	18-10-1977
			ES 456177 A1	16-01-1978
			GB 1517673 A	12-07-1978
			IT 1083472 B	21-05-1985
			JP 1085325 C	25-02-1982
			JP 52103495 A	30-08-1977
			JP 54006280 B	27-03-1979
			NL 7701943 A	26-08-1977
			SE 434161 B	09-07-1984
			SE 7702008 A	25-08-1977
			US 4129697 A	12-12-1978
DE 102005000860	A1	20-07-2006	EP 1841578 A1	10-10-2007
			WO 2006072566 A1	13-07-2006
DE 19817445	A1	21-10-1999	KEINE	
DE 1484192	A1	05-02-1970	CH 424171 A	15-11-1966
			DE 1913807 U	15-04-1965
			GB 1113244 A	08-05-1968
			IL 22459 A	27-02-1969
			NL 6413489 A	20-05-1965
			NO 126809 B	26-03-1973
			US 3476634 A	04-11-1969
JP 1086416	A	31-03-1989	KEINE	
DE 10238996	A1	04-03-2004	KEINE	
DE 2029433	A1	23-12-1971	KEINE	
DE 19707136	A1	27-08-1998	AU 6204598 A	09-09-1998
			WO 9837130 A1	27-08-1998
			EP 0961807 A1	08-12-1999

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/005350

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 19707136	A1	ES 2157118 T3 JP 3399544 B2 JP 2000509670 T US 6075063 A	01-08-2001 21-04-2003 02-08-2000 13-06-2000
EP 0371309	A	06-06-1990 DE 3840079 A1 JP 2263839 A US 5118722 A	07-06-1990 26-10-1990 02-06-1992
US 3265780	A	09-08-1966 GB 1032219 A	08-06-1966