



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 236 743 A1

4(51) C 08 G 18/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 G / 242 609 1

(22) 18.08.82

(44) 18.06.86

(71) VEB Synthesewerk Schwarzheide, 7817 Schwarzheide, DD

(72) Herrmann, Peter, Dipl.-Chem.; Olschewski, Max, Dipl.-Chem.; Behrendt, Gerhard, Dr. Dipl.-Chem.; Lehmann, Wolfgang; Wust, Manfred, Dipl.-Chem.; Helbig, Dietmar, Dipl.-Chem.; Hammer, Jürgen, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Einkomponenten-Polyurethan-Systemen

(57) Die Erfindung bezieht sich auf die Herstellung von isocyanatgruppenhaltiger Einkomponentensysteme, die sich zu Polyurethanen, vorwiegend mit Porenstruktur, weiterverarbeiten lassen und Zwischenprodukte bei der Herstellung von Gewebebeschichtungen, Imprägnierungen, technischen Verbundwerkstoffen u. dgl. darstellen. Ziel der Erfindung ist es, nach einem ökonomischen Verfahren isocyanatgruppenhaltige Einkomponenten-Systeme aus einer oder mehreren Polyhydroxylverbindungen, Diisocyanaten und starken tertiär-Aminkatalysatoren mit einer Lagerstabilität von mindestens 24 Stunden zur Verfügung zu stellen. Erfindungsgemäß werden Di- und/oder Polyisocyanate mit einem Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen, die zwischen 0,1 und 2 Gew.-% des tertiär-Aminkatalysators enthalten, wobei das Verhältnis der Summe aller Hydroxylgruppen zur Summe aller Isocyanatgruppen zwischen 1:2,1 und 1:21 liegt und das Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen aus solchen der Funktionalität 1,5 bis 6 und der mittleren Molmasse 62 bis 10000 charakterisiert wird.



(12) Wirtschaftspatent

(19) **DD** (11) **236 743 A1**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) C 08 G 18/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 G / 242 609 1 (22) 18.08.82 (44) 18.06.86

(71) VEB Synthesewerk Schwarzheide, 7817 Schwarzheide, DD
 (72) Herrmann, Peter, Dipl.-Chem.; Olschewski, Max, Dipl.-Chem.; Behrendt, Gerhard, Dr. Dipl.-Chem.; Lehmann, Wolfgang; Wust, Manfred, Dipl.-Chem.; Helbig, Dietmar, Dipl.-Chem.; Hammer, Jürgen, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Einkomponenten-Polyurethan-Systemen

(57) Die Erfindung bezieht sich auf die Herstellung von isocyanatgruppenhaltiger Einkomponentensysteme, die sich zu Polyurethanen, vorwiegend mit Porenstruktur, weiterverarbeiten lassen und Zwischenprodukte bei der Herstellung von Gewebebeschichtungen, Imprägnierungen, technischen Verbundwerkstoffen u. dgl. darstellen. Ziel der Erfindung ist es, nach einem ökonomischen Verfahren isocyanatgruppenhaltige Einkomponenten-Systeme aus einer oder mehreren Polyhydroxylverbindungen, Diisocyanaten und starken tertiär-Aminkatalysatoren mit einer Lagerstabilität von mindestens 24 Stunden zur Verfügung zu stellen. Erfindungsgemäß werden Di- und/oder Polyisocyanate mit einem Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen, die zwischen 0,1 und 2 Gew.-% des tertiär-Aminkatalysators enthalten, wobei das Verhältnis der Summe aller Hydroxylgruppen zur Summe aller Isocyanatgruppen zwischen 1:2,1 und 1:21 liegt und das Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen aus solchen der Funktionalität 1,5 bis 6 und der mittleren Molmasse 62 bis 10000 charakterisiert wird.

Zur PS Nr. 236 743

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise bestätigt gem. § 18 Abs.1 d.Änd.Ges.z.Pat.Ges.)

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung isocyanatgruppenhaltiger Einkomponenten-Polyurethan-Systeme mit einer Lagerstabilität von mindestens 24 Stunden aus Polyhydroxylverbindungen, Di- und/oder Polyisocyanaten und starken tertiär-Aminkatalysatoren bei Temperaturen von 10 bis 60°C innerhalb von 5 Minuten bis 3 Stunden, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Di- und/oder Polyisocyanate mit einem Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen, die zwischen 0,1 und 2 Gew.-% des tertiär-Aminkatalysators gelöst enthalten, durch Regelung über die Zugabegeschwindigkeit umgesetzt werden, so daß die durch die Reaktionswärme erzielte Temperatur 60°C nicht überschreitet und dadurch keine Trimerisierung von Isocyanatgruppen einsetzt, wobei das Verhältnis der Summe aller Hydroxylgruppen zur Summe aller Isocyanatgruppen zwischen 1:2,1 und 1:21 liegt und das Gemisch aus Polyhydroxylverbindungen aus solchen der Funktionalität 1,5 bis 6 und der mittleren Molmasse 62 bis 10000 charakterisiert wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die tertiär-Aminkatalysatoren in einer Polyhydroxylverbindung gelöst werden, diese Lösung zu weiteren Polyhydroxylverbindungen zugemischt wird und das Gemisch bei Zimmertemperatur unter Temperaturerhöhung auf bis zu 60°C mit dem Di- und/oder Polyisocyanat umgesetzt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß aus einer oder mehreren Polyhydroxylverbindungen in bekannter Weise mit einem Diisocyanat ein Vorprodukt mit Isocyanatendgruppen hergestellt und dieses mit einem Gemisch aus mindestens einer Polyhydroxylverbindung und einem tertiär-Aminkatalysator bei Temperaturen bis zu 60°C umgesetzt wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, 2 oder 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß der tertiär-Aminkatalysator in einem Diol der Molmasse 62 bis 10000 gelöst, als diese Lösung zu weiteren Polyhydroxylverbindungen zugemischt und dieses Gemisch bei 10 bis 60°C mit einem Di- und/oder Polyisocyanat oder -gemisch umgesetzt wird.
5. Verfahren nach Punkt 1, 2, 3 oder 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß der tertiär-Aminkatalysator in einem Polyetheralkohol oder -gemisch der Funktionalität 2 bis 3 und einer mittleren Molmasse von 300 bis 6000 gelöst wird und dann dieses Gemisch mit den Di- und/oder Polyisocyanaten umgesetzt wird.
6. Verfahren nach Punkt 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Herstellung des isocyanatgruppenhaltigen Vorpolymerisats ohne zusätzliche Heizung oder Kühlung nur durch Regelung der Zugabegeschwindigkeit der Polyetheralkohol-Katalysator-Lösung bei Temperaturen von 10 bis 60°C durchgeführt wird.
7. Verfahren nach Punkt 1 bis 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß eine Lösung eines tertiär-Aminkatalysators in einer oder mehreren Polyhydroxylverbindungen zu Di- und/oder Polyisocyanaten bei 10 bis 60°C zugegeben und dieses Gemisch mit einer oder mehreren weiteren Polyhydroxylverbindungen umgesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung isocyanatgruppenhaltiger Ein-Komponenten-Systeme, die sich zu Polyurethanen bzw. Polyurethan-Polyharnstoffen mit vorwiegend Porenstruktur weiterverarbeiten lassen und wertvolle Zwischenprodukte bei der Herstellung von Gewebebeschichtungen, Imprägnierungen, technischen Verbundwerkstoffen usw. darstellen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Herstellung von Vorpolymerisaten aus Isocyanaten und einem molaren Unterschuß an Polyhydroxylverbindungen ist bekannt. Dazu können Polyetheralkohole und Polyesteralkohole, aliphatische und aromatische Isocyanate verwendet werden. Diese Vorpolymerisate mit endständigen, freien Isocyanatgruppen sind bei Ausschluß von Feuchtigkeit, erhöhter Temperatur und/oder basischen Verunreinigungen mehrere Monate lagerstabil und können nach der Lagerung zu Polyurethanen bzw. Polyurethan-Polyharnstoffen mit den gleichen Eigenschaften wie die frisch hergestellten Produkte weiterverarbeitet werden. Solche isocyanatgruppenhaltigen Vorpolymerisate werden z. B. in den DE-PS 1.008.484 und DE-OS 2.232.525, in der US-PS 3.725.357, in der GB-PS 1.520.846 beschrieben.

Bei Zusatz tertiärer Amine, die zur Beschleunigung der Urethan- bzw. Harnstoffbildung aus den Isocyanatgruppen im Anwendungsfalle notwendig sind, setzt in der Regel sehr schnell eine Cyclotrimerisierung unter Isocyanuratbildung ein, so wird z. B. in der GB-PS 908.337 ein Verfahren zur Herstellung von Polyurethan-Isocyanuraten beschrieben, die durch die Cokatalyse der entstehenden Carbamatgruppen und eines tertiären Amins erhalten werden. Ähnliche Verfahren sind in den DE-PS 1.013.869 und DE-OS 1.904.575 beschrieben. In letzterer wird als tertiäres Amin Triethylendiamin (Diazabicyclooctan) verwendet und als Polyhydroxylverbindungen werden Polyetheralkohole eingesetzt. In der DE-OS 1.495.937 wird gelehrt, stabile Vorpolymerisate aus Polyalkylenetherglykolen und Diisocyanaten in mehreren Stufen dadurch herzustellen, daß zunächst ein Vorpolymerisat aus Polyalkylenetherpolyol mit 1,1 bis 2,1 Mol eines organischen Diisocyanats hergestellt wird; dieses wird dann mit weiterem Polyalkylenetherpolyol und das daraus resultierende Zwischenprodukt mit ausreichend Polyisocyanat umgesetzt, so daß ein noch freie Isocyanatgruppen aufweisendes Vorpolymerisat entsteht. Dieses wird unmittelbar vor der Verarbeitung mit Katalysator, Wasser u. a. Zusatzstoffen vermischt und zu Schaumstoffen verarbeitet. Nach dieser Erfindung wird entscheidende Bedeutung einer bestimmten Viskosität beigemessen, die zum Aufbau der Zellstruktur notwendig ist.

In der GB-PS 980.021 wird die Herstellung von Vorpolymerisaten aus Polyetheralkoholen, Diisocyanaten bei Katalyse durch tertiäre Amine, insbesondere Diazabicyclooctan, gelehrt; diese Produkte sollen im verschlossenen Behälter drei Tage lagerstabil sein. Diese Vorpolymeren werden ebenfalls in mehreren Stufen bei Temperaturen bis 50°C hergestellt, wobei die Stufen dadurch notwendig werden, daß eine Reaktion des Isocyanats mit sich selbst unter Isocyanuratbildung durch mehrere, aufeinanderfolgende Zugaben verhindert wird. Darüber hinaus ist die Aminkonzentration mit 0,05 Gew.-% sehr niedrig. Eine Variante dieses Verfahrens mit linearen Polypropylenglykolen, Diisocyanaten und schwächeren tertiären Aminen, z. B. N-Methylmorpholin und Triethylamin, die bekanntermaßen die Trimerisierung sehr wenig katalysieren, wird in der GB-PS 898.272 beschrieben.

Um eine Trimerisierung der Isocyanatgruppen in mit tertiären Aminen katalysierten Vorpolymerisaten zu verhindern, wird gemäß DE-OS 2.232.525 ein Verfahren beschrieben, nach dem aus Propylenglykol, Diisocyanaten und Phenethylenimin ein Prepolymeres hergestellt wird, das man dann mit Methyl-p-tosylat stabilisiert.

Dieser Effekt läßt sich nach der JP-PS 73-25.756 dadurch erreichen, daß an Stelle der gereinigten rohe Isocyanate mit etwa 10 bis 65 Gew.-% Verunreinigungen verwendet werden. Wenn auf diese Art und Weise z. B. aus dem Roh-Toluylendiisocyanat, einem tertiären Amin als Katalysator und einem Polyether- bzw. Polyesterpolyol ein Vorpolymerisat hergestellt wird, so wirken die sauren Verunreinigungen des Rohisocyanats als Stabilisatoren wie im Falle der DE-OS 2.232.525. Durch dieses Verfahren wird eine gute Lagerstabilität, die jedoch nicht spezifiziert wird, erreicht, auch wenn bis zu 10 Gew.-% starker tertiär-Aminkatalysatoren verwendet werden.

Wie notwendig eine solche Stabilisierung der Vorpolymerisate ist, wird durch die Lehre der DE-PS 1.013.869 bzw. der GB-PS 908.337 deutlich. Bei Temperaturen von 80 bis 100°C wird ein Gemisch aus 100 Tl. Isocyanat, 1 Tl. Alkohol und 1 Tl.

Pentamethyldiethylentriamin innerhalb kurzer Zeit fest, d. h. hier wirken die sich bildenden Carbamate und die tertiären Amine als Kokatalysatoren bei der Trimerisierung der Isocyanate.

Nachteilig dabei ist, daß bei katalysierten isocyanatgruppenhaltigen Vorpolymerisaten zur Gewährleistung einer für die Technik ausreichend langen Gebrauchsdauer eine Stabilisierung notwendig ist, aber die zur Stabilisierung verwendeten Stoffe die Verarbeitungsbedingungen und Eigenschaften der Endprodukte negativ beeinflussen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es daher, nach einem ökonomischen Verfahren isocyanatgruppenhaltige Einkomponentensysteme aus einer oder mehreren Polyhydroxylverbindungen, Diisocyanaten und starken tertiär-Aminkatalysatoren mit einer Lagerstabilität von mindestens 24 Stunden zur Verfügung zu stellen, wobei diese Vorpolymerisate ausreichend stark katalysiert sind, um bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen mit Wasserdampf oder Luftfeuchte innerhalb kurzer Zeit zu gleichmäßigen, dünnen Schichten mit Porenstruktur oder bei Verwendung von Fasern zu Verbunden auszuhärten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Erfindungsgemäß wird das Ziel dadurch erreicht, daß Di- und/oder Polyisocyanate bei einer Temperatur von 10 bis 60°C mit Polyhydroxylverbindungen, deren Funktionalität zwischen 1,5 und 6 und deren Molmasse zwischen 62 und 10000 betragen, umgesetzt werden, wobei das Polyolgemisch eine so hohe Konzentration an tertiärem Amin enthält, daß diese Konzentration des tertiärenamins im Vorpolymerisat zwischen 0,1 und 2 Gew.-% liegt und wobei das Verhältnis der Summe aller Hydroxylgruppen zur Summe aller Isocyanatgruppen zwischen 1:2,1 und 1:21 liegt.

Überraschend wurde im Gegensatz zu der Lehre der DE-PS 1.013.869 gefunden, daß bei der Umsetzung von Isocyanaten mit Hydroxylverbindungen in Gegenwart einer für die vorgesehene Anwendung erfindungsgemäßen Konzentration starker tertiär-Aminkatalysatoren ohne zusätzliche Energiezufuhr die Reaktion mit so hoher Reaktionsgeschwindigkeit abläuft, ohne daß eine Trimerisierungsreaktion stattfindet, daß aber das Vorpolymerisat bereits nach 15 bis 20 Minuten Reaktionszeit seinen Endwert der Isocyanatgruppen erreicht hat, d. h. die Reaktion vollständig ist. Die Urethanbildung wird durch geeignete Zugabegeschwindigkeit des Gemisches der Polyhydroxylverbindungen so gesteuert, daß die Temperatur 60°C nicht übersteigt. Die Zugabe des Polyetheralkohol-Katalysator-Gemisches kann dabei in drei Formen erfolgen, nämlich

1. die Polyetheralkohole werden vor der Reaktion miteinander vermischt und der Katalysator darin gelöst und danach das Gemisch zum Isocyanat zugegeben;
2. der Katalysator wird in einem der Polyetheralkohole gelöst, dieses Gemisch zu Isocyanat zugegeben und danach die weiteren Polyetheralkohole nacheinander oder als Gemisch zugefügt;
3. ein Polyetheralkohol wird mit dem Isocyanat umgesetzt zu einer isocyanatgruppenhaltigen Vorstufe und danach wird ein Polyetheralkohol-Katalysator-Gemisch mit dieser Vorstufe zur Reaktion gebracht.

Es hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen und stellt eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens dar, mehrere Polyhydroxylverbindungen unterschiedlicher Molmasse und Funktionalität zu verwenden, wobei die Katalysatoren vorzugsweise den Polyhydroxylverbindungen der Funktionalität 2 vorher zugemischt oder in ihnen gelöst werden.

Durch die Konzentration an Amin im Gemisch der Polyhydroxylverbindungen und die Dosierung über die zugabegeschwindigkeit des Polyhydroxylverbindungs-Katalysator-Gemisches kann ohne äußere Energiezufuhr ein solcher Temperaturaufbau eingestellt werden, daß eine maximale Raum-zeit-Ausbeute erreicht, aber keine Trimerisierung der Isocyanatgruppen bewirkt wird. Die Tatsache, daß die Vorpolymerisate während der Reaktion und innerhalb einer Frist von mindestens 24 Stunden nach Herstellung keine Isocyanuratstrukturen aufweisen, hat zur Folge, daß die günstige, niedrige Viskosität der Vorpolymerisate erhalten bleibt und außerdem die Blockstruktur der daraus herzustellenden Polyurethane und/oder Polyurethan-polyharnstoffe nicht gestört wird. Die Verwendung der Katalysatoren und die Möglichkeit, die Reaktion bei Temperaturen bis zu 60°C durchzuführen, hat wiederum zur Folge, daß bei einer Ansatzgröße bis zu 20 kg spätestens 20 Minuten nach Zugabe des Gemisches aus Polyhydroxylverbindungen und Katalysator die Reaktion vollständig beendet ist und der vorher berechnete Wert der Isocyanatkonzentration ermittelt wird.

Eine der weiteren Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, die Isocyanatkomponente mit einem Teil oder der Gesamtmenge einer Polyhydroxylverbindung, bevorzugt der mit der höchsten Funktionalität, umzusetzen und erst danach ein Gemisch weiterer Polyhydroxylverbindungen mit dem gelösten Katalysator zuzugeben. Man erhält dadurch eine Komponente A und eine Komponente B aus dem Gemisch an Polyhydroxylverbindungen und dem Katalysator bzw. aus einem lange Zeit lagerstabilen isocyanatgruppenhaltigen Prepolymerem. Das katalysatorhaltige, erfindungsgemäße Vorpolymerisat wird dann in bekannter Weise durch Vermischen der beiden Komponenten A und B in einem vorher berechneten Mischungsverhältnis ohne Energiezufuhr oder Kühlung bei Temperaturen zwischen 10 und 60°C hergestellt. Das so hergestellte katalysatorhaltige Vorpolymerisat ist mindestens 24 Stunden unverändert lagerstabil.

Als Gemisch an Polyhydroxylverbindungen werden bevorzugt:

- a) 20 bis 95 Äquivalent-% eines Polyethertriols der mittleren Molmasse 400 bis 10000;
- b) 1 bis 50 Äquivalent-% eines Polyetheralkohols der mittleren Funktionalität 2,05 bis 2,75 und der mittleren Molmasse 750 bis 7500;
- c) 0,5 bis 20 Äquivalent-% eines Polyetherdiols der mittleren Molmasse 300 bis 3000;
- d) 0,5 bis 30 Äquivalent-% eines Diols der Molmasse 62 bis 400.

Bevorzugt werden Polyetheralkohole, die aus einem oder mehreren Startermolekülen der Funktionalität 2 und/oder 3 und Ethylenoxid und/oder Propylenoxid hergestellt werden. Es können jedoch auch Polytetramethylenglykole, Polycaprolactonpolyole, Polyesteralkohole oder funktionalisierte Polycarbonate bzw. Polybutadiene sowie sog. Polymer-Polyole verwendet werden.

An Isocyanaten sind alle aromatischen Di- und/oder Triisocyanate sowie ihre technischen Rohprodukte verwendbar. Bevorzugt werden jedoch 2,4-Toluylendiisocyanat, 2,6-Toluylendiisocyanat, 4,4'-Diphenylmethandiisocyanat, 4,4'-Diphenyldiisocyanat, p-Phenylendiisocyanat oder Gemische davon.

Geeignete Katalysatoren sind z. B. Triethylendiamin, N,N,N',N'-Tetramethylbutandiamin, N,N,N',N'-Tetramethylhexandiamin, 1,6, N,N'-Dimethylpiperazin, N-Methylmorpholin, Tetramethylguanidin, usw. Bevorzugt wird Triethylendiamin.

Aus den nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Isocyanatgruppen aufweisenden, katalysierten Vorpolymerisaten aus mehreren Polyhydroxylverbindungen lassen sich durch Härtung mit Wasser — als Wasser, Wasserdampf oder Luftfeuchte — Polyurethan-Polyharnstoffe mit ausgezeichneten Eigenschaften herstellen.

Solche Anwendungen, bei denen z. B. eine schnelle Aushärtung erwünscht ist, sind Schaumstoffe, die durch Umsetzung mit Wasser, Stabilisatoren und anderen Zusatzstoffen in an sich bekannter Weise hergestellt werden, oder dünne Schaumschichten, die durch Aushärtung in einer feuchtigkeitshaltigen Atmosphäre bei erhöhter Temperatur erhalten werden sowie Verbunde aus Substraten und den Polyurethan-Polyharnstoffen, die eine Porenstruktur aufweisen können. Durch geeignete Auswahl des Verhältnisses der Polyhydroxylverbindungen und des Verhältnisses von Hydroxylgruppen zu Isocyanatgruppen lassen sich die Eigenschaften der Produkte in weiten Grenzen variieren, z. B. läßt sich die Härte und die Elastizität auf das verwendete Substrat abstimmen.

Derartige Anwendungen werden in der DD-WP-Anm. Nr. (Offb. Nr. 81/24) und DD-WP-Anm. Nr. (Offb. Nr. 82/02) sowie in der DD-WP-Anm. B32B/231.213./8 beschrieben.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Zu 5,8 Äquivalenten (505 g) Toluylendiisocyanat (Isomerengemisch mit 80% 2,4-Isomerem und 20% 2,6-Isomerem) wird in einem 4l-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer bei Raumtemperatur unter Rühren innerhalb von 20 Minuten ein Gemisch aus 1 Äquivalent (1760 g) Polyetherpolyol (aus Glycerin, Propylenoxid und Ethylenoxid, Molmasse 4400), 0,3 Äquivalenten (90 g) Polyethylenglykol 600 und 0,4 Äquivalenten (40 g) Dipropylenglykol, das 33% gelöstes Triethylendiamin enthält, zugegeben. Während der Zugabe steigt die Temperatur auf 60°C an; die Reaktion ist ca. 20 Minuten nach erfolgter Zugabe des Polyetheralkoholgemisches beendet, wobei Heizung oder Kühlung nicht notwendig sind. Das so hergestellte katalysierte Vorpolymerisat besitzt ein Isocyanatäquivalent von 600 g/Mol NCO und eine Viskosität (20°C) von 3100 mPas. Es ist 24 Stunden lagerstabil.

Beispiel 2

Analog Beispiel 1 wird in einem 60l-Rührkessel aus nichtrostendem Stahl zu 10,1 kg (116 Äquivalente) Toluylendiisocyanat (Isomerengemisch) bei Raumtemperatur ein Gemisch aus 35,2 kg (20 Äquivalente) Polyetherpolyol (wie in Beispiel 1), 1,8 kg (6 Äquivalente) Polyethylenglykol 600 und 0,8 kg einer 33%igen Lösung von Triethylendiamin in Dipropylenglykol (8 Äquivalente) innerhalb von 45 Minuten zugegeben. Die Temperatur steigt dabei auf 33°C; nach einer Nachrührzeit von 10 Minuten weist das katalysierte Vorpolymerisat ein Isocyanatäquivalent von 592 g/Mol NCO und eine Viskosität (20°C) von 2850 mPas auf. Es ist mehr als 24 Stunden unverändert lagerstabil.

Beispiel 3

Es werden zur Herstellung des erfindungsgemäßen Vorpolymerisats zwei Vorstufen erzeugt, die als Komponente A und B bezeichnet werden:

Komponente A: Bei Raumtemperatur werden 435,6 g (0,33 Äquivalente) eines Polyetherpolyols (aus Glycerin, Propylenoxid und Ethylenoxid, Molmasse 3000) mit 53 g (0,53 Äquivalente) einer 33%igen Lösung von Triethylendiamin in Dipropylenglykol vermischt. Die Mischung weist eine Viskosität (20°C) von 850 mPas auf und ist in verschlossenen Behältern unbegrenzt lagerfähig.

Komponente B: In einem 2l-Dreihalskolben werden zu 356,7 g (4,1 Äquivalente) Toluylendiisocyanat (Isomerengemisch) bei 60°C innerhalb von 15 Minuten 1126,4 g (0,64 Äquivalente) eines Polyetheralkohols (aus Glycerin, Propylenoxid und Ethylenoxid, Molmasse 4000) gegeben. Anschließend wird zwei Stunden bei 80°C gerührt. Dieses Produkt besitzt ein Isocyanatäquivalent von 430 g/Mol NCO und eine Viskosität (20°C) von 1250 mPas. Es ist in verschlossenen Behältern mehr als neun Monate lagerstabil.

Herstellung des erfindungsgemäßen Vorpolymerisats:

Vor der endgültigen Verarbeitung werden die Komponenten im Verhältnis A:B = 1:3 bei Raumtemperatur miteinander vermischt. Das dabei hergestellte Vorpolymerisat hat ein Isocyanatäquivalent von 760 g/Mol NCO und eine Viskosität (20°C) von 5500 mPas.

Beispiel 4

Analog Beispiel 3 werden in einem 60l-Rührkessel aus nichtrostendem Stahl umgesetzt:

Komponente A: 22,6 kg Polyetheralkohol (12,8 Äquivalente)

1,6 kg Triethylendiaminlösung in Dipropylenglykol (16,7 Äquivalente)

Viskosität (20°C): 760 mPas

unbegrenzt lagerfähig in verschlossenen Behältern.

Komponente B: Zu 10,7 kg (123 Äquivalente) Toluylendiisocyanat (Isomerengemisch) werden bei 60°C innerhalb von 15 Minuten 21,1 kg (12 Äquivalente) Polyetheralkohol wie in Beispiel 3 gegeben und zwei Stunden bei 80°C gerührt. Das Produkt weist ein Isocyanatäquivalent von 290g/Mol NCO und eine Viskosität (20°C) von 1020 mPas auf; es ist in verschlossenen Behältern mehr als neun Monate lagerstabil.

Herstellung des erfindungsgemäßen Vorpolymerisats:

Zur Herstellung des katalysierten Vorpolymerisats werden die beiden Komponenten im Verhältnis A:B = 4:5 miteinander vermischt. Durch die freiwerdende Reaktionswärme steigt die Temperatur auf 50°C an. Die Kennzahlen des Vorpolymerisats sind:

Isocyanatäquivalent: 720 g/Mol NCO

Viskosität (20°C): 4300 mPas

Lagerstabilität: 24 Stunden