

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

248022
(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 02 02 82

(21) (PV 706-82)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 03 02 81
(81/02192) a od 09 12 81 (81/23135)
Francie

(40) Zveřejněno 12 08 86

(45) Vydáno 15 08 88

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 251/02
C 08 G 18/02
C 07 F 7/10

(72)
Autor vynálezu ROBIN JEAN, LYON (Francie)

(73)
Majitel patentu RHONE-POULENC SPECIALITES CHIMIQUES, COURBEVOIE (Francie)

(54) Způsob výroby monomerních nebo polymerních sloučenin s obsahem isokyanurových skupin

1

Vynález se týká způsobu výroby sloučenin s isokyanurovými skupinami cyklotrimerizací isokyanátů za přítomnosti katalyzátoru. Katalytický účinek se zahájí tak, že se uvede ve styk isokyanát a sloučenina s obsahem aminosilylovaných skupin, například aminosilan, silylmočovina nebo silazan.

Je známa řada způsobů k získání sloučenin s isokyanurovými skupinami, a to jednoduchých i polymerních katalytickou cyklotrimerizací alifatických isokyanátů, cykloalifatických isokyanátů nebo aromatických isokyanátů. Cyklotrimerizace může být úplná nebo částečná. Je také možno získat z monoisokyanátů monoisokyanuráty tak, že se z polyisokyanátů připraví částečnou cyklotrimerizací polyisokyanátpolyisokyanáty a polyisokyanuráty, prosté isokyanátových skupin se uvolní úplnou cyklotrimerizací. Jde o polymerní materiály, které jsou velmi často užívány například ve formě pěny.

Pokud jde o získání isokyanurátů nebo polyisokyanurátů úplnou trimerizací monoisokyanátů nebo alifatických, cykloalifatických nebo aromatických polyisokyanátů, je možno jako katalyzátory užít například terciární aminy, fosfiny, alkoholáty, deriváty alkalických kovů nebo kovů alkalických ze-

2

min, například oxidy, hydroxidy nebo karboxyláty. Tyto katalyzátory byly popsány například v Journal of Cellular Plastics, leden 1965, str. 85 až 90, Journal Macromolecular Science Reviews, Macromolecular Chemistry (5/1) 105 až 109 (1970). Některé deriváty křemíku a cínu byly rovněž popsány jako katalyzátory cyklotrimerizační reakce fenylišokyanátu na isokyanurát. Itoh, Matsuzaki a Ishii prokázali katalytickou schopnost trimethylsilylsíry. [Journal Chemical Society (C) 2 709 až 2 712 (1968)] a N-silylaminů [Journal Chemical Society (C) 2 005 až 2 007 (1969)]. Je nutno uvést, že trimethylsilylamin dovoluje například velmi pomalou cyklotrimerizaci isokyanátbenzenu na isokyanurát, reakce trvá například 42 hodin při teplotě 150 °C. Silylaminy jsou tedy zřejmě velmi slabými katalyzátory cyklotrimerizace aromatických isokyanátů. Kromě toho bylo ještě prokázáno, že působením disilazanů, například hexamethyldisilazanu, heptamethyldisilazanu nebo hexamethyl-N-ethylidisilazanu není možné katalyzovat cyklotrimerizaci fenylišokyanátu na trifenylišokyanurát. Tyto silazany však vedou při reakci s fenylišokyanátem k získání iminoderivátů trifenylohexahydrotriazindionů, je například možno získat z heptamethyldisilazanu 4-methylimino-1,3,5-trife-

nyl-1,3,5-hexahydrotriazin-2,6-dion a 1,3,5-trifenyl-2,4,6-tris(fenylimino)-1,3,5-hexahydrotriazin.

Polyisokyanátpolyisokyanuráty, které tvoří základní složku barev a laků se obvykle získávají částečnou cyklotrimerizací skupin NCO, jednoduchých alifatických nebo aromatických polyisokyanátů nebo adičních sloučenin polyisokyanátů s terciárními aminy, vznikajícími za přítomnosti katalyzátorů, jak bylo popsáno v NSR patentovém spise 951 168, jakož i derivátů alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin, například hydroxidů, uhličitánů nebo alkoholátů podle francouzského patentového spisu č. 1 190 065, kvartérních amoniových hydroxidů podle francouzského patentového spisu č. 1 204 697 a 1 566 256 a podle evropských patentových spisů 3 765 a 10 589, fosfinů podle francouzských patentových spisů č. 1 510 342 a 2 023 423 a NSR patentového spisu č. 1 934 763, katalyzátory s ethyleniminovými skupinami podle francouzských patentových spisů č. 1 401 513 a 2 230 642 a Mannichovýchází podle francouzského patentového spisu č. 2 290 459 a 2 332 274. Tyto katalyzátory mohou být popřípadě užity spolu s esterem kyseliny karbaminové, například jde o terciární amin a karbamát podle francouzského patentového spisu č. 1 172 576, derivát alkalického kovu nebo kovu alkalických zemin a karbamát podle francouzského patentového spisu č. 1 304 301, Mannichovuází karbamát podle francouzského patentového spisu č. 2 290 459.

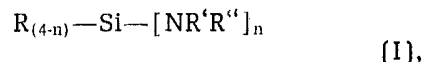
Katalyzátor částečné cyklotrimerizace skupin NCO musí obvykle být deaktivován, jakmile se dosáhne žádaného podílu volných isokyanátových skupin. Tuto deaktivaci je možno provést přidáním kyseliny, například bezkyslíkaté kyseliny, chloridu kyseliny, alkylačního činidla jako methyljodidu nebo acylačního činidla. Deaktivaci je také možno provést tepelným zpracováním.

Jsou také známy různé katalytické systémy, které dovolují trimerizaci alifatických nebo cykloalifatických isokyanátů na isokyanurové sloučeniny, a to jednoduché isokyanuráty nebo polyisokyanuráty, různé tyto systémy však mají i určité nevýhody. Katalyzační účinek, získaný působením alkalických kovů a kovů alkalických zemin se vždy projevuje s nepředvídatelným poklesem v čase, takže je obvykle velmi obtížné řídit účinek tohoto katalyzátoru. Při použití méně reaktivních katalytických systémů se nejen pozoruje pokles účinku, ale katalyzátor je mimoto od začátku méně účinný. Je pak zapotřebí provádět cyklotrimerizaci při vyšší teplotě, což vyvolává tvorbu poměrně velkého množství dimeru. Mimoto je zapotřebí reakční směs zahřívát i při deaktivaci katalyzátoru, což rovněž podporuje tvorbu dimeru.

Bylo by tedy zapotřebí nalézt katalytický

systém, který by dovoľoval cyklotrimerizaci alifatických nebo cykloalifatických isokyanátů na sloučeniny s isokyanurovými skupinami, reakce by měla být prováděna bez indukční periody a při mírně zvýšené teplotě. Mimoto by bylo zapotřebí, aby katalyzátor bylo možno snadno deaktivovat.

Nyní bylo zjištěno, že je možno získat monomerní nebo polymerní sloučeniny s obsahem isokyanurových skupin katalytickou cyklotrimerizací isokyanátů, v nichž isokyanátové skupiny nejsou přímo vázány na atom uhlíku, náležející k aromatické skupině, cyklotrimerizace se provádí stykem isokyanátu s iniciátorem katalytické reakce. Předmětem vynálezu je tedy způsob výroby monomerních nebo polymerních sloučenin s obsahem isokyanurových skupin katalytickou cyklotrimerizací isokyanátu, v němž isokyanátová skupina není přímo vázána na atom uhlíku aromatické skupiny, přičemž isokyanáty se volí z monoisokyanátů, a to methylisokyanátu, butylisokyanátu, n-hexylisokyanátu, cyklohexylisokyanátu, diisokyanátů, a to tetramethyldiisokyanátu, pentamethyldiisokyanátu, hexamethyldiisokyanátu, 1,2-diisokyanátcyklohexanu, 1,4-diisokyanátcyklohexanu, 1,2-bis-(isokyanátmethyl)cyklobutanu, bis-(4-isokyanátcyklohexyl)methanu, 3,3,5-trimethyl-5-isokyanátmethyl-1-isokyanátcyklohexanu a dále adičních produktů polyisokyanátů, získaných reakcí při teplotě 80 až 150 °C po dobu 0,25 až 24 hodin, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije sloučenina s obsahem aminosilylové skupiny obecného vzorce I



kde

R znamená alkylový, alkenylový, halogenalkylový nebo halogenalkenylový zbytek vždy o 1 až 5 atomech uhlíku, popřípadě s 1 až 6 atomy chloru a/nebo fluoru, cykloalkyl, cykloalkenyl, halogencykloalkyl nebo halogencykloalkenyl vždy o 3 až 8 atomech uhlíku, popřípadě s 1 až 4 atomy chloru a/nebo fluoru, arylové, alkylarylové nebo halogenarylové zbytky vždy o 6 až 8 atomech uhlíku, popřípadě s 1 až 4 atomy chloru a/nebo fluoru nebo kyanoalkylové zbytky o 3 až 4 atomech uhlíku, přičemž dva substituenty R, nesené témtéž atomem křemíku, popřípadě tvoří dvojnásobný zbytek o 1 až 4 atomech uhlíku,

R' znamená jednovazný zbytek ze skupiny R, SiR₃ nebo CO(NR')—R'', v němž R'' znamená R nebo SiR₃ a R má svrchu uvedený význam, přičemž substituent R', popřípadě tvoří se substituentem R'' alkylenový zbytek o 4 až 6 atomech uhlíku,

R'' znamená alkylový nebo alkenylový zbytek vždy o 1 až 4 atomech uhlíku, cykloalkylový nebo cykloalkenylový zbytek vždy

o 4 až 6 atomech uhlíku v kruhu, zbytek fenylový, tolylový nebo xylylový, nebo atom vodíku v případě, že R' má odlišný význam od amidové skupiny a

n znamená celé číslo 1 nebo 2, přičemž zbytek R' je totožný se zbytkem R v případě, že n znamená 2.

Initiátor cyklotrimerizační reakce je

zvláště důležitý v případě cyklotrimerizace alifatických nebo cykloalifatických isokyanátů, kde má také katalytický účinek. Katalyzátorem tedy může být aminosilan, diaminosilan, silylmočovina nebo silazan, přičemž katalytický účinek je okamžitý, říditelný a dostatečně veliký i při mírně zvýšené teplotě. Tento výsledek nebylo možno očekávat, protože ve skutečnosti bylo možno očekávat pouze obvyklý slabý účinek vzhledem k malé reaktivitě alifatických isokyanátů ve srovnání s isokyanáty aromatickými, jak je popsáno například v publikaci Polyurethanes Chemistry and technology, část I, chemistry str. 64, J. H. Sanders a K. C. Frisch Interscience publishers [1962], kde se popisuje, že vzhledem ke svrchu uvedeným skutečnostem je v případě aromatických isokyanátů možno pozorovat pouze slabý katalytický účinek. V případě způsobu podle vynálezu však bylo možno pozorovat účinek zcela opačný.

Při použití silazanů jako katalyzátorů je možno získat alifatické nebo cykloalifatické isokyanáty z isokyanátů, jak již bylo uvedeno. Tento výsledek je zcela neočekávaný, protože Itohem a dalšími bylo prokázáno, že z aromatických isokyanátů je možno získat iminohexahydrotriaziny.

Jako příklad je možno uvést ve významu R následující zbytky:

methyl,
ethyl,
propyl,
isopropyl,
butyl,
isobutyl,
pentyl,
terc.butyl,
chlormethyl,
dichlormethyl,
chlorethyl,
 α,β -dichlorethyl,
fluormethyl,
difluormethyl,
 α,β -difluorethyl,
3,3,3-trifluorpropyl,
trifluorcyklopropyl,
4,4,4-trifluorbutyl,
3,3,4,4,5,5-heptafluoropentyl,
 β -kyanoethyl,
kyanopropyl,
fenyl,
p-chlorfenyl,
m-chlorfenyl,
3,5-dichlorfenyl,
trichlorfenyl,

tetrachlorfenyl,
o-, p-, nebo m-tolyl,
 α,α,α -trifluortolyl,
xylyl (2,3-dimethylfenyl, 3,4-dimethylfenyl).

Dva zbytky R mohou mimoto tvořit zbytek methylenový, ethylenový nebo propylenový.

Pokud jde o zbytek R' , může zbytek R nebo SiR_3 , v němž R má svrchu uvedený význam nebo zbytek $-CO-(NR)-R''$, v němž R'' znamená R nebo SiR_3 , kde R má svrchu uvedený význam být výhodnou použitelnou skupinou, mimoto může R' tvořit se zbytkem R'' zbytek butylenový, pentylenový nebo hexylenový.

V případě zbytku R'' jde zejména o následující skupiny:

atom vodíku,
methylový zbytek,
butylový zbytek,
cyklohexylový zbytek,
fenylový zbytek,
tolyllový zbytek.

Vynález se zvláště týká způsobu výroby sloučenin s obsahem isokyanurových skupin při použití katalyzátoru, a to sloučenin s obsahem aminosilylových skupin obecného vzorce I, v němž

R znamená zbytek methylový, ethylový, propylový, vinylový, fenylový, přičemž tyto zbytky jsou popřípadě chlorovány a/nebo fluorovány,

R' znamená alkylový zbytek, a to zbytek methylový, ethylový, propylový nebo butylový, dále zbytek SiR_3 , v němž R má svrchu uvedený význam, zbytek $-CO-NR-R$ a $-CO-NR-SiR_3$, kde R má svrchu uvedený význam,

R'' znamená zbytek methylový, ethylový, propylový nebo butylový nebo atom vodíku.

Mimoto mohou zbytky R' a R'' spolu tvořit butylenový nebo pentylenový zbytek.

Jak již bylo uvedeno, může být katalyzátorem aminosilan, diaminosilan, monosilylmočovina, disilylmočovina nebo silazan. Je snadno stanovitelné, které různé sloučeniny s aminosilylovými skupinami jsou použitelné při různých významech substituentů R, R' , R'' a R''' . Je zapotřebí uvést, že při provádění způsobu podle vynálezu nebylo bráno v úvahu použití silylmočoviny, získané reakcí sekundárního aminu a N-silylovaného isokyanátu. Silylmočovina tohoto typu je nevýhodná z toho důvodu, že zahříváním uvolňuje silylovaný isokyanát.

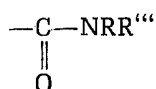
Způsob výroby sloučenin s obsahem isokyanurových skupin, a to monomerních nebo polymerních katalytickou cyklotrimerizací isokyanátů, v němž isokyanátová skupina není přímo vázána na atom uhlíku, náležející k aromatické skupině a jichž je

možno užít jako katalyzátoru, jsou například následující sloučeniny:

— monoaminosilan, v němž $n = 1$ a R' znamená zbytek, zbytky R a R'' mají svrchu uvedený význam, přičemž dva zbytky R mohou spolu tvořit dvojnásobný zbytek a zbytek R' a R'' popřípadě tvoří společně dvojnásobný zbytek,

— diaminosilan, v němž $n = 2$, R' znamená zbytek R , zbytky R a R'' mají svrchu uvedený význam nebo tvoří dva zbytky R dvojnásobný zbytek nebo dva zbytky R' a R'' tvoří dvojnásobný zbytek,

— silylmočovina, v níž $n = 1$ a R' znamená karbonamidový zbytek obecného vzorce



kde

R'' znamená zbytek R nebo SiR_3 , přičemž zbytky R a R'' mají svrchu uvedený význam, dva zbytky R mohou spolu tvořit dvojnásobný zbytek nebo spolu tvoří dva zbytky R' nebo R'' (R' může znamenat také R) dvojnásobný zbytek,

— silazan, v němž $n = 1$ a R' znamená skupinu SiR_3 .

Z aminosilanů nebo diaminosilanů je možno uvést následující sloučeniny:

methylaminotrimethylsilan,
dimethylaminotrimethylsilan,
diethylaminotrimethylsilan,
dibutylaminotrimethylsilan,
diethylaminodimethylvinylsilan,
diethylaminodimethylfenylsilan,
bis-dimethylamino-dimethylsilan,
bis-diethylamino-dimethylsilan,
bis-dibutylaminodimethylsilan,
bis-dimethylamino-dimethylsilan,
bis-dimethylamino-methylfenylsilan.

Ze silylmočoviny je možno uvést následující látky:

N-methyl-N-trimethylsilyl-N'-methyl-N'-butylmočovina,
N-trimethylsilyl-N-methyl-N',N'-dimethylmočovina,
N-trimethylsilyl-N-ethyl-N',N'-dimethylmočovina,
N-trimethylsilyl-N-butyl-N'-butyl-N'-trimethylsilylmočovina.

Silazany mohou být symetrické nebo asymetrické, s výhodou se užívají při provádění způsobu podle vynálezu disilazany symetrické, v nichž obě skupiny SiR_3 jsou totožné.

Z použitelných disilazanů je možno uvést následující látky:

hexamethyldisilazan,

heptamethyldisilazan,
1,3-diethyl-1,1,3,3-tetramethyldisilazan,
1,3-divinyl-1,1,3,3-tetramethyldisilazan,
hexaethyldisilazan,
1,3-difenyl-1,1,3,3-tetramethyldisilazan.

Z disilazanů je zapotřebí zvláště uvést hexamethyldisilazan a heptamethyldisilazan, které jsou zvláště výhodnými katalyzátory.

Způsobem podle vynálezu je možno podrobit cyklotrimerizaci „jednoduché“ monokyanáty nebo polyisokyanáty alifatické nebo cykloalifatické, jakož i adiční sloučeniny polyisokyanátů, vznikající polykondenzací přebytku polyisokyanátu s polyfunkční sloučeninou. Cyklotrimerizace může být částečná nebo úplná a dovoluje získat z monoisokyanátů sloučeniny s jedinou isokyanurovou skupinou, například alkylisokyanuráty nebo cykloalkylisokyanuráty a z jednoduchých polyisokyanátů nebo adičních sloučenin polyisokyanátpolyisokyanuráty i polyisokyanuráty s velmi vysokou molekulovou hmotností, které již neobsahují volné isokyanátové skupiny.

Při provádění způsobu podle vynálezu je možno užít všechny jednoduché isokyanáty nebo polyisokyanáty alifatické nebo cykloalifatické povahy nebo adiční soli isokyanátů v případě, že isokyanátová skupina není přímo vázána na aromatickou skupinu.

Z použitelných isokyanátů je možno uvést následující monoisokyanáty:

methylisokyanát,
butylisokyanát,
n-hexylisokyanát,
cyklohexylisokyanát.

Z diisokyanátů, použitelných při provádění způsobu podle vynálezu je možno uvést následující látky:

tetramethyldiisokyanát,
pentamethyldiisokyanát,
hexamethyldiisokyanát,
1,2-diisokyanátcyklohexan,
1,4-diisokyanátcyklohexan,
1,2-bis-(isokyanátmethyl)cyklobutan,
bis-(4-isokyanátcyklohexyl)methan,
3,3,5-trimethyl-5-isokyanátmethyl-1-isokyanátcyklohexan,

Z těchto látek je zvláště výhodný hexamethyldiisokyanát.

Dále je možno uvést adiční látky polyisokyanátů nebo prepolymerů, zejména modifikované polyisokyanáty, které se získají reakcí přebytku alifatického nebo cykloalifatického polyisokyanátu se sloučeninou, obsahující alespoň dvě skupiny, schopné reakce s isokyanátovou skupinou, jde například o diamin, dikyselinu a podobně. Modifikované polyisokyanáty je možno mísit s jednoduchými polyisokyanáty a mohou

obsahovat zbytky močoviny, biuretu, může jít o ester, siloxan a podobně.

Pořadí přivádění reakčních složek není kritické, způsob podle vynálezu se s výhodou provádí tak, že se do isokyanátu přidá malé množství katalyzátoru, a to obvykle 0,1 až 10, s výhodou 0,5 až 5 hmotnostních proc. popřípadě je možno přidat malá množství katalyzátoru ještě v průběhu reakce.

Způsob podle vynálezu se provádí prostým zahřátím reakčních složek na teplotu, která se obvykle pohybuje v rozmezí 50 až 180 °C, s výhodou 80 až 130 °C.

Jakmile obsah isokyanurátu dosáhne žádané hodnoty, je možno rozrušit katalyzátor například tak, že se přidá kyselá reagující sloučenina, jako silná kyselina, například kyselina chlorovodíková, chlorid kyseliny a podobně. Tento stupeň, stejně jako způsob, který dovoluje získání polyisokyanátpolyisokyanurátů rovněž spadá do oboru vynálezu.

Je také možno postupovat tak, že se popřípadě odstraní monomerní polyisokyanát jakýmkoli známým způsobem a tím se získá polyisokyanátpolyisokyanurát, který obsahuje velmi malé množství monomerního isokyanátu a malé množství dimeru. Tyto sloučeniny, například hexamethylendiisokyanáty jsou dobře známé látky a jsou zvláště zajímavé jako základní složky pro barvy a laky.

V případě, že se provádí cyklotrimerizace v rozpouštědle, je také možno užít málo polárního rozpouštědla, například alifatického nebo aromatického uhlovodíku nebo etheru nebo esteru, přičemž je možno přidat katalyzátor k rozpouštědlu a do vzniklého roztoku pak přidat isokyanát. Je možno také postupovat tak, že se roztok s obsahem katalyzátoru přidá k isokyanátu. Způsob podle vynálezu se s výhodou provádí bez rozpouštědla.

Vynález bude osvětlen následujícími příklady.

Příklad 1

Do baňky se vloží

- butylisokyanát: 39,6 g (0,4 molu) a pak se přidá
- N,N-dimethyltrimethylsilylamin: 4,7 g (0,04 molu).

Směs se zahřívá na olejové lázni při teplotě 100 až 105 °C reakční směsí. Po 14 hodinách teploty lázně 100 až 110 °C se spotřebuje 90 % přítomných skupin NCO.

Destilací se získá 20,8 g produktu o teplotě varu 142 °C při tlaku 133 Pa, produkt byl identifikován jako tributylisokyanurát.

Analýza:

vypočteno:

60,6 % C, 9,14 % H, 14,15 % N,

nalezeno:

60,4 % C, 9,14 % H, 14,5 % N.

Optická otáčivost: $n_D^{20} = 1,474$.

Absorpční spektrum v infračerveném světle má maxima při: 1460 cm^{-1} až 1690 cm^{-1} .

Příklad 2

Postupuje se obdobným způsobem jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že se N,N-dimethyltrimethylsilylamin nahradí 5,8 g (0,04 molu) N,N-diethyltrimethylsilylaminu.

Po 17 hodinách při teplotě 100 až 110 °C se spotřebuje 88 % přítomných skupin NCO. Destilací se získá 20,8 g tributylisokyanurátu.

Analýza:

vypočteno:

60,6 % C, 9,1 % H, 14,15 % N,

nalezeno:

60,82 % C, 9,17 % H, 14,03 % N.

Příklad 3

Do baňky se vloží

- hexamethylendiisokyanát: 537,6 g (3,2 molu).

Po zahřátí na 100 °C se k isokyanátu přidá

- N,N-dimethyltrimethylsilylamin: 7,5 g (0,063 molu).

Po 1,5 hodinách při teplotě 100 °C se spotřebuje 15 % přítomných skupin NCO. Reakce se zastaví přidáním 7 ml benzoylchloridu. Většina hexamethylendiisokyanátu se destiluje až do teploty 130 °C při tlaku 200 Pa.

184 g zbývajících produktu se podrobí destilaci za stálého míchání. Tímto způsobem se získá 103 g cyklotrimeru s 0,536 skupin NCO/100 g, teoretické množství je 0,595. Viskozita produktu je 1,6 Pa při teplotě 25 °C.

Příklad 4

Do baňky se vloží

- butylisokyanát: 29,7 g (0,3 molu) a
- bis-(dimethylamino)dimethylsilan: 0,88 g (0,006 molu).

Směs se zahřívá na olejové lázni na teplotu 105 °C. Po 14 hodinách se spotřebuje 88 % přítomných skupin NCO.

Při destilaci pod tlakem 0,65 Pa se získá 17,9 g výsledných produktů o teplotě varu 132 až 134 °C, jde o tributylisokyanurát.

Příklad 5

Způsobem podle příkladu 4 se zahřívá na 105 °C směs, sestávající z následujících složek:

butylisokyanát: 29,7 g (0,3 molu) a
trimethylsilylbutylamin: 0,87 g.

Po 23 hodinách při teplotě 105 °C se spotřebuje 67 % skupin NCO.

Destilací při tlaku 65 Pa se získá 15,7 g produktu o teplotě varu 132 až 135 °C, jde o tributylisokyanurát.

Příklad 6

Do baňky se vloží 29,7 g (0,3 molu) butylisokyanátu a pak se přidá při teplotě místnosti v průběhu 10 minut ještě 1,45 g (0,03 molu) hexamethyldisilazanu. Směs se zahřívá na 100 °C 2 hodiny a pak na 110 °C. Po 16 hodinách reakce zůstává ve směsi pouze 7 % skupin isokyanátu.

Reakční směs se destiluje a oddělí se 2,35 g těkavých produktů. Zbytek 13,35 g je tributylisokyanurát, který v absorpčním spektru v infračerveném světle má maxima při 1465 a 1690 cm^{-1} . Není možno prokázat pás pro močovinu, biuret ani karbodiimid. Mikroanalýza souhlasí s teoretickým předpokladem:

Analýza:

vypočteno:

60,6 % C, 9,1 % H, 14,15 % N,

nalezeno:

60,76 % C, 9,1 % H, 14,06 % N,

61,04 % C, 9,48 % H, 14,16 % N.

Příklad 7

Postupuje se obdobným způsobem jako v příkladu 6, avšak užijí se 2 moly hexamethyldisilazanu na 100 molů butylisokyanátu. Po ukončení reakce zbývá pouze 10 % isokyanátových skupin.

Po destilaci se získá 20,75 g tributylisokyanurátu o teplotě varu 125 °C při tlaku 26 Pa, teplota tání 9 až 10 °C, optická otáčivost $n_D^{20} = 1,4750$.

Ze svrchu uvedených skutečností vyplývá, že jedním molem hexamethyldisilazanu je možno uvést v reakci 90 molů butylisokyanátu.

Příklad 8

Do baňky se vloží 134,4 g (0,8 molu) hexamethyldiisokyanátu a 1,3 g (0,008 molu) hexamethyldisilazanu, načež se směs zahřívá 7 hodin na 100 °C. Obsah skupin NCO je pak 1,07 na 100 g.

Přebytek hexamethyldiisokyanátu se oddestiluje a odparek se zahřívá za stálé-

ho míchání. Tímto způsobem se získá 19 g produktu s 0,55 skupinami NCO ve 100 g, teoretické množství pro tris-(isokyanáthexamethylen)isokyanurát je 0,59.

Tento produkt má v absorpčním spektru v infračerveném světle pásy, charakteristické pro isokyanurátový trimer, to jest 1645 a 1690 cm^{-1} a pás pro skupinu NCO při 2270 cm^{-1} . Viskozita produktu je 2,5 Pa při teplotě 25 °C a chromatografií (GPC) je možno prokázat, že jde v podstatě o trimer (504). Obsah dimeru je nižší než 5 %. Obsah volných diisokyanátových skupin je nižší než 0,1 %.

Příklad 9

Do tříhrdlé baňky o objemu 100 ml, opatřené magnetickým míchadlem, chladičem pro var se zpětným chladičem a přívodem dusíku na olejové lázni se vloží

butylisokyanát: 24,75 g (0,25 molu) a
heptamethyldisilazan: 4,4 g (0,025 molu).

Směs se zahřívá na 100 až 110 °C. Po 3 hodinách jsou spotřebovány přítomné skupiny NCO. Po 16 hodinách reakce zbývá pouze 8 % skupin NCO, což znamená spotřebu 9,2 molu butylisokyanátu na 1 mol heptamethyldisilazanu.

Destilací zbývajících 22,2 g reakční směsi se získá 14,45 g produktu o teplotě varu 112 až 132 °C při tlaku 13,3 až 20 Pa. Tímto produktem je tributylisokyanurát, jehož spektrum v infračerveném spektru odpovídá struktuře. Optická otáčivost $n_D^{20} = 1,4760$.

Příklad 10

Tři hodiny na 100 °C se zahřívá směs
— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát 100 g a

— katalyzátor: $\text{CH}_3\text{—NH—Si}(\text{CH}_3)_3$ 1,4 g [katalyzátor tedy představuje 1,4 hmotnostních % celkové hmotnosti isokyanátu].

Reakce se zastaví přidáním 2 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

Tímto způsobem se dosáhne 16% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem méně než 5 % dimeru a s obsahem 0,541 skupin NCO/100 g.

Příklad 11

3,5 hodiny se zahřívá na teplotu 100 °C reakční směs, která obsahuje

— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a

— katalyzátor: $\text{C}_6\text{H}_{17}-\text{NH}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$: 2,8 g (katalyzátor tedy představuje 2,8 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 2 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

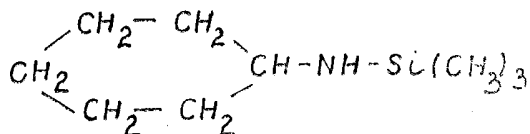
Tímto způsobem se dosáhne 14 % přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-hexylisokyanát)isokyanurát s obsahem 0,560 skupin NCO/100 g.

Příklad 12

3 hodiny se zahřívá na teplotu 105°C reakční směs, která obsahuje

— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: 2,5 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 2,5 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 2 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

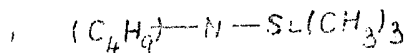
Tímto způsobem se dosáhne 18 % přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,540 NCO/100 g.

Příklad 13

2,5 hodiny se zahřívá na 100°C reakční směs, sestávající z

monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: 1,6 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 1,6 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 0,6 g plynného chlorovodíku, který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

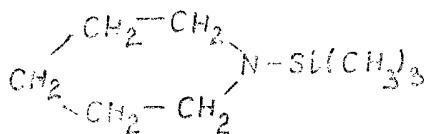
Tímto způsobem se dosáhne 20,5 % přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se jako výsledný produkt tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem skupin NCO 0,529/100 g.

Příklad 14

1,5 hodiny se zahřívá na teplotu 110°C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: 2,1 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 2,1 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 1,8 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

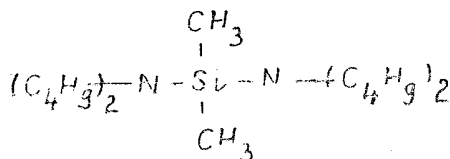
Tímto způsobem se dosáhne 19,5 % přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,535 NCO/100 g.

Příklad 15

1,5 hodiny se zahřívá na teplotu 90°C reakční směs, která obsahuje

— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a
— katalyzátor: 2,1 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 2,1 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

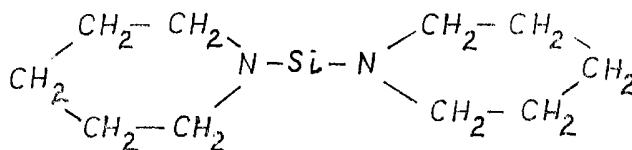
Reakce se zastaví přidáním 2,8 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem se dosáhne 21% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát, který obsahuje 0,542 NCO/100 g.

Příklad 16

1,1 hodiny se zahřívá na 95 °C reakční směs, která obsahuje



[katalyzátor představuje 2,4 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu].

Reakce se zastaví přidáním 1,6 g CH_3COCl , který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

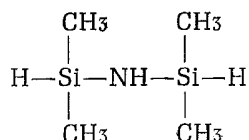
Tímto způsobem se dosáhne 14% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se získá tris-1,3,5-(6-hexylisokyanát)isokyanurát s obsahem 0,563 NCO/100 g.

Příklad 17

2,5 hodiny se zahřívá na teplotu 105 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a
katalyzátor: 1 g sloučeniny vzorce



[katalyzátor tedy představuje 1 % hmotnostní celkové hmotnosti isokyanátu].

Reakce se zastaví přidáním 0,9 g $\text{C}_3\text{H}_7\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

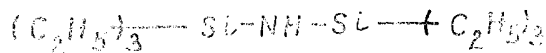
Tímto způsobem se dosáhne 12% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,568 NCO/100 g.

Příklad 18

5 hodin se zahřívá na teplotu 105 °C reakční směs, která obsahuje

— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a
— katalyzátor: 3,8 g sloučeniny vzorce



[katalyzátor tedy představuje 3,8 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu].

Reakce se zastaví přidáním 2,1 g

— monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a
— katalyzátor: 2,4 g sloučeniny vzorce

$\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

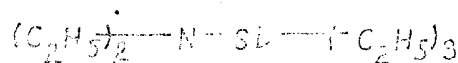
Tímto způsobem se dosáhne 23% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,535 NCO/100 g.

Příklad 19

1,1 hodiny se zahřívá na teplotu 110 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a
katalyzátor: 1,5 g sloučeniny vzorce



[katalyzátor tedy představuje 1,5 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu].

Reakce se zastaví přidáním 1,5 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

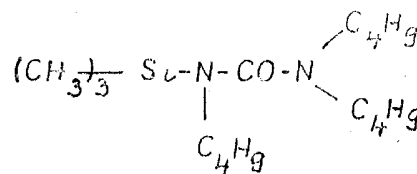
Tímto způsobem se dosáhne 19% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,535 NCO/100 g.

Příklad 20

16 hodin se zahřívá na 100 až 105 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: butylisokyanát: 25 g a
katalyzátor: 4,5 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor představuje 18 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

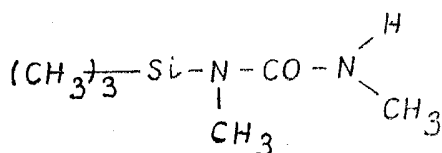
Tímto způsobem je možno dosáhnout 18% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-butylišokyanurát.

Příklad 21

19 hodin se zahřívá na teplotu 105 až 110 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: butylisokyanát: 25 g a
katalyzátor: 2,5 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 10 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

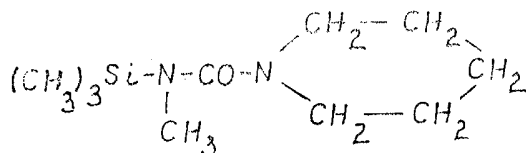
Tímto způsobem je možno dosáhnout 94 proc. přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá jako výsledný produkt tris-1,3,5-butylišokyanurát.

Příklad 22

17 hodin se zahřívá na teplotu 105 až 110 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: butylisokyanát: 25 g a
katalyzátor: 3,5 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 14 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

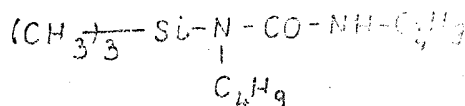
Tímto způsobem je možno dosáhnout 91% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu je takto možno jako výsledný produkt získat tris-1,3,5-butylišokyanurát.

Příklad 23

16 hodin se zahřívá na teplotu 105 až 110 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: butylisokyanát: 25 g a
katalyzátor: 3,6 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy tvoří 14,4 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

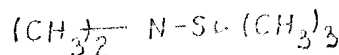
Tímto způsobem je možno dosáhnout 88% přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-butylišokyanurát.

Příklad 24

8 hodin se zahřívá na teplotu 110 °C reakční směs, která obsahuje

monomerní isokyanát: methylisokyanát:
28,5 g a
katalyzátor: 2,6 g sloučeniny vzorce



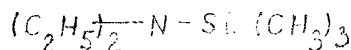
Reakce se s výhodou provádí pod tlakem. Katalyzátor představuje 9,1 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 75 procent přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se jako výsledný produkt tímto způsobem získá tris-1,3,5-methylisokyanurát.

Příklad 25

20 hodin se zahřívá na teplotu 115 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: oktylisokyanát: 31 g a katalyzátor: 1,5 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 4,8 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Tímto způsobem je možno dosáhnout 91-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá jako výsledný produkt tris-1,3,5-oktylišokyanurát.

Příklad 26

6 hodin se zahřívá na teplotu 100 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: tetramethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: hexamethyldisilazan (katalyzátor tedy představuje 1 % hmotnostní celkové hmotnosti isokyanátu).

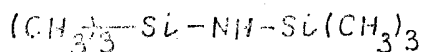
Reakce se zastaví přidáním 0,8 g CH_3COCl , který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 19-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-(4-isokyanátbutyl)-isokyanát s obsahem 0,597 NCO/100 g.

Příklad 27

7 hodin se zahřívá na teplotu 100 °C směs, která obsahuje monomerní isokyanát: bis-1,2-(isokyanátmethyl)cyclobutan: 100 g a katalyzátor: 2,0 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 2 % hmotnostní celkové hmotnosti isokyanátu).

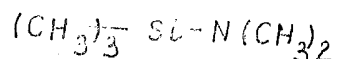
Reakce se zastaví přidáním 1,5 g CH_3COCl , který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 16-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá jako výsledný produkt tris-1,3,5-[2-isokyanátmethylcyclobutyl]-isokyanurát s obsahem 0,540 NCO/100 g.

Příklad 28

6 hodin se zahřívá na 130 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: 3,5,5-trimethyl-5-isokyanátmethyl-1-isokyanát-cyklohexan (IPDI): 100 g a katalyzátor, 1,4 gramu sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 1,4 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 2 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 14-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytku monomerního isokyanátu se tímto způsobem získá tris-

-1,3,5-(3,5,5-trimethyl-5-isokyanátmethyl-cyklohexyl)isokyanurát s obsahem NCO 0,410/100 g.

Příklad 29

24 hodin se zahřívá na teplotu 130 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: hexamethylenisokyanát: 100 g a katalyzátor: hexamethyldisilazan: 10 g (katalyzátor tedy představuje 10 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 6 g CH_3COCl , který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem se dosáhne 90% přeměny isokyanátových skupin.

Jako výsledný produkt se tímto způsobem získá polyisokyanát, který je nerozpustný a který se netaví.

Příklad 30

7 hodin se zahřívá na teplotu 100 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: hexamethyldisilazan: 3 g (katalyzátor tedy představuje 3 % hmotnostní celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 1 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$, který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 30-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytečného monomerního isokyanátu se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-(6-isokyanát-hexyl)isokyanurát s obsahem 0,490 NCO/100 g.

Příklad 31

0,25 hodiny se zahřívá na teplotu 150 °C reakční směs, která sestává z monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: hexamethyldisilazan: 1 g (katalyzátor tedy představuje 0,5 % hmotnostních celkové hmotnosti isokyanátu).

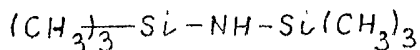
Reakce se zastaví přidáním 1,5 g CH_3I , který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 6,1-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytečného monomerního isokyanátu se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-(6-isokyanát-hexyl)isokyanurát s obsahem 0,575 NCO/100 g.

Příklad 32

5 hodin se zahřívá na teplotu 80 °C reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: hexamethyldiisokyanát: 100 g a katalyzátor: 1 g sloučeniny vzorce



(katalyzátor tedy představuje 1 % hmotnostní celkové hmotnosti isokyanátu).

Reakce se zastaví přidáním 0,8 g CH_3COCl , který se užije jako deaktivátor použitého katalyzátoru.

Tímto způsobem je možno dosáhnout 5,2-procentní přeměny isokyanátových skupin.

Po odstranění přebytečného isokyanátu v monomerní formě se tímto způsobem jako výsledný produkt získá tris-1,3,5-(6-isokyanáthexyl)isokyanurát s obsahem 0,575 NCO/100 g.

Příklad 33

Na 100 °C se zahřívá reakční směs, která obsahuje monomerní isokyanát: hexamethylendiisokyanát: 100 g a katalyzátor: 2 g sloučeniny vzorce



Reakce se provádí 6 hodin 30 minut, přičemž vzorky reakční směsi se odebírají po 3 hodinách, 4 hodinách 40 minutách a 6 hodinách 30 minutách.

Z každého vzorku se odstraní přebytečný monomerní isokyanát a sleduje se, zda běží o požadovaný polyisokyanátisokyanurát. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce:

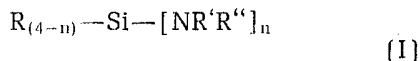
	Viskozita při 25 °C v Pa	Poměr výšky vrcholu (píku) heptameru a pentameru
vzorek 1 po 3 hodinách	1,8	0,465
vzorek 2 4 hod. 40 min.	2,8	0,533
vzorek 3 6 hod. 30 min.	5,6	0,610

Pentamer je isokyanátpolyisokyanurát, který obsahuje na 1 mol 2 isokyanurové kruhy a získá se z 5 molů hexamethylendiisokyanátu.

Heptamer je polyisokyanátpolyisokyanurát, který obsahuje 3 isokyanurové kruhy na 1 mol a získá se při použití 7 molů hexamethylendiisokyanátu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby monomerních nebo polymerních sloučenin s obsahem isokyanurových skupin katalytickou cyklotrimerizací isokyanátu, v němž isokyanátová skupina není přímo vázána na atom uhlíku aromatické skupiny, přičemž isokyanáty se volí z monoisokyanátů, a to methylisokyanátu, butylisokyanátu, n-hexylisokyanátu, cyklohexylisokyanátu, diisokyanátů, a to tetramethylendiisokyanátu, pentamethylendiisokyanátu, hexamethylendiisokyanátu, 1,2-diisokyanátcyklohexanu, 1,4-diisokyanátcyklohexanu, 1,2-bis-(isokyanátmethyl)cyklobutanu, bis(4-isokyanátcyklohexyl)methanu, 3,3,5-trimethyl-5-isokyanátmethyl-1-isokyanátcyklohexanu a dále adičních produktů polyisokyanátů, získaných reakcí při teplotě 80 až 150 °C po dobu 0,25 až 24 hodin, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije sloučenina s obsahem aminosilylové skupiny obecného vzorce I



kde

R znamená alkylový, alkenylový, halogenalkylový nebo halogenalkenylový zbytek vždy o 1 až 5 atomech uhlíku, popřípadě s 1 až 6 atomy chloru a/nebo fluoru,

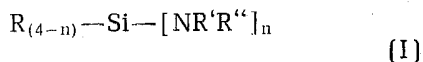
cykloalkyl, cykloalkenyl, halogenocykloalkyl nebo halogenocykloalkenyl vždy s 3 až 8 atomy uhlíku, popřípadě s 1 až 4 atomy chloru a/nebo fluoru, arylové, alkylarylové nebo halogenarylové zbytky vždy o 6 až 8 atomech uhlíku, popřípadě s 1 až 4 atomy chloru a/nebo fluoru nebo kyanoalkylové zbytky o 3 až 4 atomech uhlíku, přičemž dva substituenty R, nesené tímtož atomem křemíku, popřípadě tvoří dvojnásobný zbytek o 1 až 4 atomech uhlíku,

R' znamená jednovazný zbytek ze skupiny R, SiR_3 nebo $\text{CO}(\text{NR})-\text{R}''$, v němž R'' znamená R nebo SiR_3 a R má svrchu uvedený význam, přičemž substituent R' popřípadě tvoří se substituentem R'' alkylenový zbytek o 4 až 6 atomech uhlíku,

R'' znamená alkylový nebo alkenylový zbytek vždy o 1 až 4 atomech uhlíku, cykloalkylový nebo cykloalkenylový zbytek vždy o 4 až 6 atomech uhlíku v kruhu, zbytek fenylový, tolylový nebo xylylový, nebo atom vodíku v případě, že R' má odlišný význam od amidové skupiny a

n znamená celé číslo 1 nebo 2, přičemž R' je totožný se zbytkem R v případě, že n znamená 2.

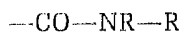
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije aminosilylovaná sloučenina obecného vzorce I



kde

R znamená zbytek methylový, ethylový, propylový, vinylový, fenylový, přičemž tyto zbytky jsou popřípadě chlorovány a/nebo fluorovány,

R' znamená alkylový zbytek, a to zbytek methylový, ethylový, propylový nebo butylový, dále zbytek SiR_3 , v němž R má svrchu uvedený význam, zbytek vzorce



nebo



kde R má svrchu uvedený význam,

R'' znamená zbytek methylový, ethylový, propylový nebo butylový nebo atom vodíku, přičemž popřípadě zbytky R' a R'' spolu tvoří butylenový nebo pentylenový zbytek.

3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije aminosilan obecného vzorce $R_3SiNR'R''$, kde R, R' a R'' mají svrchu uvedený význam.

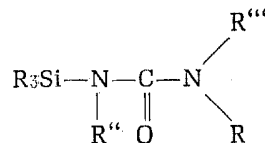
4. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije diaminosilan obecného vzorce



kde

R, R' a R'' mají svrchu uvedený význam.

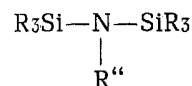
5. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije silylmočovina obecného vzorce



kde

R, R'' a R''' mají svrchu uvedený význam.

6. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se jako iniciátor katalytické reakce užije silazan obecného vzorce



kde

R a R'' mají svrchu uvedený význam.

7. Způsob podle bodů 1 až 6, vyznačující se tím, že se po dosažení požadované koncentrace isokyanurátu katalyzátor rozruší.

8. Způsob podle bodu 7, vyznačující se tím, že se rozrušení katalyzátoru provádí přidáním kysele reagující sloučeniny.

9. Způsob podle bodů 7 a 8, vyznačující se tím, že se na konci reakce odstraní zbývající monomerní diisokyanát.

10. Způsob podle bodů 1 až 9, vyznačující se tím, že se jako polyisokyanát užije hexamethylendiisokyanát.