



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101903360 A

(43) 申请公布日 2010. 12. 01

(21) 申请号 200880121383. 0

C08G 18/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2008. 12. 04

(30) 优先权数据

102007060791. 3 2007. 12. 18 DE

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 06. 18

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2008/010281 2008. 12. 04

(87) PCT申请的公布数据

W02009/077085 DE 2009. 06. 25

(71) 申请人 拜耳材料科学股份公司

地址 德国莱沃库森

(72) 发明人 M·布拉姆 F·里克特

T·沃伊格特 R·哈尔拉普

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 石克虎 林森

(51) Int. Cl.

C07D 251/34 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

用于生产低单体含量有机多异氰酸酯的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种通过有机二异氰酸酯在两相体系中的低聚来生产低单体含量有机多异氰酸酯的新型工业化方法。

1. 用于生产具有小于 1.0 重量%单体异氰酸酯残余含量的多异氰酸酯的方法,特征在于:

A) 由至少 60 重量%的一种或多种二异氰酸酯,和至多 40 重量%的一种或多种单异氰酸酯和 / 或一种或多种官能度 ≥ 3 的异氰酸酯构成的异氰酸酯组分

B) 任选地使用催化剂 B1) 和 / 或任选的反应性组分 B2) 在稀释剂 C) 中以液滴形式在 0-200℃温度进行低聚反应,然后实施相分离;在相分离之前、过程中或之后,任选地通过添加催化剂毒物 D) 中断反应;和随后使异氰酸酯相中存在的多异氰酸酯脱除掉过量单体。

2. 根据权利要求 1 的方法,特征在于仅使用 HDI、IPDI、2,4'-和 / 或 4,4'-二异氰酸根合二环己基甲烷作为组分 A)。

3. 根据权利要求 1 或 2 的方法,特征在于使用任选地经氟化或全氟化的烷烃作为稀释剂 C)。

4. 根据权利要求 3 的方法,特征在于使用全氟辛烷作为 C) 中的烷烃。

5. 根据权利要求 1-4 任意一项的方法,特征在于将异氰酸酯组分 A) 与稀释剂 C) 的重量比设定为 1 : 10-1 : 1。

6. 根据权利要求 5 的方法,特征在于重量比为 1 : 5-1 : 2。

7. 根据权利要求 1-6 任意一项的方法,特征在于连续实施所述反应。

用于生产低单体含量有机多异氰酸酯的方法

[0001] 本发明涉及一种通过有机二异氰酸酯在两相体系中低聚来生产低单体含量 (monomerenarmer) 有机多异氰酸酯 (Polyisocyanat) 的新型工业化方法。

[0002] 低聚多异氰酸酯的制备很久前便已知晓 (H. J. Laas 等, J. Prakt. Chem. 336, 185-200 (1994) ;EP 755 954、EP 798 299、EP 508 313)。从而,已经描述了大量低聚反应,在所述低聚反应中,一部分存在的异氰酸酯基通过反应消耗,直至达到预定的转化率,其后通过蒸馏除去残存的单体。作为低聚反应,已经采用催化三聚、二聚、碳二亚胺化、脲基甲酸酯化形式、缩二脲化、脲形成形式以及有机二异氰酸酯的氨基甲酸酯化形式,建立了广泛的形成机理。典型地,在不含溶剂或稀释剂的本体中,使二异氰酸酯组分中 10% -40% 的异氰酸酯基发生低聚反应。当所述反应通过催化剂失活终止时,通常在反应混合物中残留相对较多部分的原料异氰酸酯。随后例如在薄膜蒸发器中蒸馏分离,最终形成具有低于 0.5% 或有时低于 0.1% 残余单体含量的产物。

[0003] 在无溶剂反应情况中的缺陷在于高反应潜力,在通常强烈放热 (由此使得反应混合物温度急剧升高) 的反应情况下,其会导致不受控的反应过程,从而在工艺技术上,必须通过复杂的运行中止机构来确保安全。此外,在反应过程中粘度显著升高,从而产生严重的工艺技术问题。所有装置必须设计为适于宽的温度范围和粘度范围,从而不能在最佳范围内操作。

[0004] 当通过添加大量溶剂来降低反应潜力时,所述溶剂会残留在反应混合物中,且必须尽可能通过蒸馏除去,这是成本高昂且繁琐的。

[0005] 当使该反应例如在一个或多个搅拌釜中连续实施时,由于在级联反应器中回混,与间歇反应相比,所述反应必须更早地终止,以在得到的多异氰酸酯中获得相同的特性。该转化率损失 (未反应原料二异氰酸酯的量增加) 必须通过更高的蒸馏功率和可观的额外复杂度以及费用来弥补。这里,在低聚期间不补充新二异氰酸酯的批次式反应是更加适宜的。然而,该反应进程的类型以及批次大小还受到所需的散热要求以及技术上可实现的冷却体系限制。

[0006] 同样作为一种可行方案,在管式反应器中实施异氰酸酯反应的情况下,管的大表面积产生严重的沉积和结垢现象,这会导致设备需要过早地清洁。所述不可避免的沉积形成导致管壁处温度传递不良,从而产生相对强烈的温度不均匀。这不但影响生产的产物品质 (如颜色),而且还影响其产率。

[0007] 因此,本发明的一个目的在于提供一种克服了这些缺陷的生产低单体含量多异氰酸酯的通用方法。

[0008] 业已证明,采用以下详细描述的本发明方法实现本发明目的是可行的。

[0009] 本发明提供了一种用于生产具有低于 1.0 重量%残余异氰酸酯单体含量的多异氰酸酯的方法,特征在于

[0010] A) 由至少 60 重量%的一种或多种二异氰酸酯,和至多 40 重量%的一种或多种单异氰酸酯,和 / 或一种或多种官能度 ≥ 3 的异氰酸酯构成的异氰酸酯组分

[0011] B) 任选地采用催化剂 B1) 和 / 或任选的反应性组分 B2)

[0012] 在稀释剂 C) 中以液滴形式在 0-200℃ 温度下进行低聚反应, 然后实施相分离; 在相分离之前、过程中或之后, 任选地通过添加催化剂毒物 D) 中断该反应; 和随后使异氰酸酯相中存在的多异氰酸酯脱除掉过量单体。

[0013] 异氰酸酯组分 A) 是指所有含异氰酸酯基的有机化合物和混合物, 其包含至少 60 重量%, 优选 80 重量% 和更优选 95 重量% 的二异氰酸酯含量。在特别优选的实施方案中, 异氰酸酯组分仅含二异氰酸酯, 和更特别地仅使用一种二异氰酸酯。

[0014] 可提及的在异氰酸酯组分 A) 中使用的异氰酸酯例子包括具有以脂肪族、脂环族、芳脂族或芳香族形式连接的异氰酸酯基的已知单异氰酸酯, 如异氰酸硬脂基酯和异氰酸萘基酯; 具有以脂肪族、脂环族、芳脂族和 / 或芳香族形式连接的异氰酸酯基团的二异氰酸酯, 如 1,4- 二异氰酸根合丁烷、1,6- 二异氰酸根合己烷 (HDI)、2- 甲基-1,5- 二异氰酸根合戊烷、1,5- 二异氰酸根合-2,2- 二甲基戊烷、2,2,4- 和 2,4,4- 三甲基-1,6- 二异氰酸根合己烷、1,10- 二异氰酸根合癸烷、1,3- 和 1,4- 二异氰酸根合环己烷、1,3- 和 1,4- 双(异氰酸根合甲基) 环己烷、1- 异氰酸根合-3,3,5- 三甲基-5- 异氰酸根合甲基环己烷(异佛尔酮二异氰酸酯, IPDI)、2,4'- 和 4,4'- 二异氰酸根合二环己基甲烷、1- 异氰酸根合-1- 甲基-4(3)- 异氰酸根合甲基环己烷(IMCI)、双(异氰酸根合甲基) 降莰烷、2,4- 和 2,6- 二异氰酸根合甲苯(TDI)、2,4'- 和 4,4'- 二异氰酸根合二苯基甲烷和及其同系物、1,5- 二异氰酸根合萘、“二丙二醇二异氰酸酯”(2-(2- 异氰酸根合丙氧基)-1- 丙基异氰酸酯、1,1'- 氧基-二-2- 丙基异氰酸酯和 2,2'- 氧基-二-1- 丙基异氰酸酯的异构体); 三异氰酸酯和 / 或更高官能的异氰酸酯, 如 4- 异氰酸根合甲基辛烷 1,8- 二异氰酸酯(壬烷三异氰酸酯) 或 1,6,11- 十一烷三异氰酸酯; 任意期望的这些异氰酸酯化合物的混合物。

[0015] 可使用上述重量限值内任意期望的所述异氰酸酯混合物。

[0016] 优选使用包含以脂肪族形式连接的异氰酸酯基团的异氰酸酯化合物。特别优选使用 HDI、IPDI、2,4'- 和 4,4'- 二异氰酸根合二环己基甲烷作为异氰酸酯组分 A)。

[0017] 作为催化剂 B1), 可使用任何期望的三聚、二聚、碳二亚胺化和脲基甲酸酯化催化剂, 例如在 H. J. Laas 等, J. prakt. Chem. 336, 185-200 (1994) 和其中引用的文献: EP 755 954、EP 798 299 中记载的那些类型。作为催化剂 B1) 的例子, 可提及以下: 醋酸铅 (II), 2- 乙基己酸铅 (II), Mannich 碱如苯酚与二甲胺的反应产物, 或叔胺如二氮杂双环 [2.2.2] 辛烷 (DABCO), N,N,N',N' - 四甲基乙二胺, 任选地以与环氧化物的混合物形式, 或碱金属化合物和碱土化合物如氧化物、氢氧化物、碳酸盐、醇盐或酚盐, 以及弱脂肪族或脂环族羧酸的金属盐, 任选地在线性聚醚或具有配位作用的冠醚存在下。适宜的催化剂 B1) 另外还例如为三(二甲氨基丙基) 六氢三嗪 (® Polycat 41, 生产商: Air Products), 任选地作为与酚或羧酸的加成化合物。特别适宜作为催化剂 B1) 的是季铵盐, 如氢氧化三甲基苄基铵 (® Triton B, 生产商: Merck KGaA, Germany)、甲基胆碱或羧酸羟烷基铵或氟化季铵。除示例性的铵盐外, 还可使用相应的磷鎓盐或膦作为催化剂 B1)。氨基硅烷是另一类作为催化剂 B) 的化合物, 例子为六甲基二硅氮烷 (HMDS)。

[0018] 催化剂可在液滴形成之前或之后计量加入, 任选地以溶解在溶剂或反应性化合物如醇中的形式。在此情况下, 基于异氰酸酯组分, 其量为 1ppm-5%, 优选 5ppm-0.5%, 和更优选 10ppm-0.1%。典型地, 将所述催化剂在液滴形成前不久引入异氰酸酯组分中。然而, 还可以和有利地首先将催化剂溶解或分散在稀释剂中(例如通过喷射分散器)。然后使催

化剂以细微分散的形式由该相迁移至异氰酸酯液滴中。但是还可以如此实施该方法：首先制备异氰酸酯与非溶剂稀释剂 C) 的多相混合物，并将催化剂 B 1) 计量加入到含异氰酸酯液滴的经搅拌的该混合物中。

[0019] 代替催化剂 B1)，还可通过添加反应性组分 B2)，即通过添加水、低分子量醇或胺或具有 1-6 个官能单元的相应混合物，实施异氰酸酯组分 A) 的低聚。优选使用具有 1-3 个 OH 基且分子量为 32-300g/mol 的醇。使用的胺优选为分子量至多为 350g/mol 的一元胺和二元胺。基于二异氰酸酯组分 A) 的用量，这里的用量为至多 30 重量%，优选 1 重量% -20 重量%，特别优选 2 重量% -10 重量%。

[0020] 如果例如与作为反应性组分 B2) 的胺反应的结果，制备含缩二脲结构的多异氰酸酯，那么所述胺优选预分散在稀释剂 C) 中，然后使其与分散的异氰酸酯液滴反应。然而，也可以以液滴形式在稀释剂 C) 中乳化异氰酸酯，并将胺在升高温度添加至该多相混合物中。

[0021] 在两相反应期间，由醇形成氨基甲酸酯和 / 或脲基甲酸酯；胺形成缩二脲结构。

[0022] 采用该工序，除了反应性组分 B2) 之外，显然也可使用催化剂 B 1)，其中所述催化剂 B1) 促进了异氰酸酯与醇形成氨基甲酸酯和 / 或脲基甲酸酯) 的反应，或催化了异氰酸酯与胺形成缩二脲的反应。在本文中使用上述描述的那些化合物作为脲基甲酸酯化催化剂。可使用的氨基甲酸酯化催化剂为已知化合物如胺，金属盐如 Sn、Zn 或 Bi 化合物，例如二月桂酸二丁基锡 (DBTL) 或三新癸酸铋 (Coscat 83)。

[0023] 异氰酸酯液滴可通过剧烈搅拌或其它方式形成，例如在萃取法情况下，典型地通过预先雾化或者喷雾到稀释剂 C) 中实施。例如喷射分散是形成精细液滴的适宜方式。在此情况下，液滴尺寸为最高 5mm 直径。优选液滴尺寸为 0.1 μ m-1mm，更优选 1 μ m-1mm，和特别优选 10 μ m-1mm。通常而言，在反应期间实施剧烈搅拌，以使乳液在一段时间内保持稳定，但也可在泵送循环中再雾化所述两相液态混合物。

[0024] 稀释剂 C) 为在反应条件下为液态的，且既不溶解异氰酸酯组分 A)，也不溶解生成的多异氰酸酯的所有化合物。稀释剂中异氰酸酯组分的残留溶解度 (residual solubility) 小于 10 重量%，优选小于 1 重量%，更优选小于 0.1 重量%。反过来，异氰酸酯组分 A) 中以及多异氰酸酯中稀释剂的溶解度小于 10 重量%，优选小于 1 重量%和更优选小于 0.1 重量%。

[0025] 可举出的极性溶剂例子为水。然而，优选使用疏水性化合物，例如硅氧烷化合物、含氟 (环) 烷基化合物、全氟 (环) 烷基化合物、全氯 (环) 烷基化合物、氯氟 (环) 烷基化合物或烃。特别优选烷，包括氟化烷和 / 或全氟烷。更加特别优选全氟辛烷。

[0026] 同样适宜的为在使用条件下呈液态的非官能聚合物，例如低分子量聚合物和 / 或具有无规立构结构的聚合物。特别地，具有低聚合度且可任选地被氯和 / 或氟取代的液态聚烯烃、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯极不易相混的，因而适宜作为稀释剂 C)。

[0027] 所述稀释剂优选对异氰酸酯组分 A) 不具有反应性。

[0028] 在反应期间，将异氰酸酯组分 A) 与稀释剂 C) 的重量比设置为 1 : 20-5 : 1，优选 1 : 10-1 : 1，更优选 1 : 5-1 : 2。

[0029] 在反应条件下，稀释剂 C) 的密度必须不同于异氰酸酯组分 A) 以及生成的反应混合物的密度。

[0030] 所述低聚反应在 0-200°C，优选 20-100°C 和更优选 40-80°C 温度下，在两相体系中

实施。

[0031] 任选地,反应在稀释剂分离之前、期间或之后通过添加催化剂毒物 D) 终止。这类化合物描述于例如 H. J. Laas 等, J. prakt. Chem. 336, 185-200 (1994) 和其中引用的文献: EP 755 954、EP 798 299 中。取决于所用的催化类型,适宜作为催化剂毒物或人们所说的终止剂的为酸、酸衍生物、烷基化试剂或醇,例如磷酸或亚磷酸或其酯、盐酸、羧酸或酰氯(如苯甲酰氯)、甲苯磺酸甲酯或低级醇(如丁醇)。优选的终止剂为磷酸酯或亚磷酸酯。然而,除化学终止外,还可通过加热至例如高于 60°C 或 80°C 温度 30 分钟至数小时,和通过热分解失活所述催化剂来热终止反应。优选通过添加催化剂毒物终止反应。

[0032] 所述反应和任选地通过添加催化剂毒物终止之后,通过液滴融合,将所述两相分离成两个独立的相区。这可例如通过静置并分离反应混合物实施,或通过半透性分离层实施分离。随后将如此生产的并由稀释剂中分离出的粗产物通过例如蒸馏如两阶段降膜/薄膜蒸发,分离成多异氰酸酯组分和原料二异氰酸酯。在此情况下,多异氰酸酯组分中剩余的单体二异氰酸酯组分含量低于 1.0 重量%,优选低于 0.5 重量%,和更优选低于 0.15 重量%。然而,还可通过稀释剂的蒸馏分离和随后单体二异氰酸酯的蒸馏分离,分离出多异氰酸酯,而无需相分离存在的粗混合物。

[0033] 当反应在两相体系中连续运转时,可将异氰酸酯组分 A) 例如通过在填充有吸收剂的柱(圆筒)中由上部或下部雾化转化成液滴形式。预定的反应温度可通过外部冷却或加热设定,任选地通过泵送循环和对流中稀释剂沉积到本身移动的液滴。催化剂或反应性组分可预先通过混合引入异氰酸酯组分中。还可以将催化剂独立地溶解或分散在稀释剂中。

[0034] 在连续运行模式情况下,反应沿所述柱发生,其中由于密度不同,液滴相对于稀释剂降至底部或上升。然后在顶部或底部边界处发生相分离,可由此移出多异氰酸酯粗溶液以进行进一步加工,和任选地停止。相分离还可在独立的容器中连续或间歇地实施。相分离后,分离除去任选已被污染的稀释剂,和若需要,还可例如通过蒸馏实施后处理。

[0035] 通过该方法得到的多异氰酸酯树脂在室温下是固体或液体。通常其溶解在溶剂中。

[0036] 作为溶剂,可使用任意期望的聚氨酯化学常用稀释剂,例如甲苯、二甲苯、环己烷、氯苯、乙酸丁酯、乙酸乙酯、乙酸乙二醇酯、乙酸戊酯、乙酸己酯、乙酸甲氧基丙酯、四氢呋喃、二噁烷、丙酮、N-甲基吡咯烷酮、甲乙酮、石油溶剂以及在名称 Solvent Naphtha^R、Solvesso^R、Shellsol^R、Isopar^R、Nappar^R 和 Diasol^R 下销售的更高取代的芳香族化合物。在所述溶剂混合物中,任选地存在低极性溶剂组分如重苯、1,2,3,4-四氢化萘、萘烷和具有大于 6 个碳原子的烷烃,以及这些溶剂的混合物。在此情况下,如果使用溶剂,则溶剂中多异氰酸酯的浓度设定为 30% -95% 重量,优选 50% -90% 重量固体(FK)。

[0037] 此外,低聚反应如二聚反应和/或三聚反应结束后,可将反应产物进一步采用例如包含羟基的低分子量化合物和/或聚合化合物和/或封端剂改性。

[0038] 通过本发明方法生产的多异氰酸酯是可在大气湿度影响下固化的高品质涂覆材料。其优选在具有本身已知的异氰酸酯反应性化合物的双组分体系中用作交联剂。为此例如列举羟基官能的聚醚、聚酯、聚酰胺、聚碳酸酯、聚丙烯酸酯、聚丁二烯和所述羟基官能聚合物的混合物或共混物。此外,还可将低分子量二元醇和多元醇、二聚和三聚脂肪醇以及氨

基官能化合物用于双组分体系中。

[0039] 借助封端的 (blockiert) 异氰酸酯反应性化合物,还可配制单组分体系;另外,通过本发明方法生产的产物还可以封端形式用作涂覆材料或用于涂覆材料中。在此情况下,干燥在高于例如 120°C – 约 230°C 的较高温度实施。

[0040] 除本发明的方法产物外,还可将其它助剂和添加剂用于所述涂料中,例如常规润湿剂,流动控制剂,防结皮剂,消泡剂,溶剂,消光剂如硅石 (Kieselsäure)、硅酸铝和高沸点蜡,粘度调节剂,颜料,染料,UV 吸收剂和对抗热分解和 / 或氧化分解的稳定剂。

[0041] 得到的涂覆材料可用于涂覆任何期望的基材,例如木材、塑料、皮革、纸张、纺织品、玻璃、陶瓷、石膏、砌砖 (Mauerwerk)、金属或混凝土。其可采用常规施加方法如喷雾、涂抹 (Streichen)、流涂、流延、浸渍和辊涂施加。所述涂覆剂可以以清漆形式使用,也可以着色漆料形式使用。

[0042] 由本发明产物生产的涂层通常在 20°C 下固化数分钟至数小时,以提供高品质的覆层。固化既可在较低温度 (低至 -5°C) 实施,也可在直至 200°C 的较高温度以加速形式实施。

实施例

[0043] 以下实施例和对比实施例用于解释本发明,而非对其进行限制。所有以“份”和“%”表示的数据均涉及重量。NCO 含量根据 DIN 53 185 确定。动态粘度在 23°C 下采用 Anton Paar 公司的具有板 - 锥测量装置的 MCR 51 流变计测定。在不同剪切速率下的测量保证了本发明所述的多异氰酸酯流动行为符合理想牛顿流体。从而无需对所述剪切速率作出规定。

[0044] 实施例 1 (本发明)

[0045] 向具有安装 (aufgesetzt) 的冷凝器和干燥管、氮气导管、温度计和搅拌单元的 1 升 4 颈圆底烧瓶中预先装填 400g 全氟辛烷和 100g HDI,并将该初始装料温热至 60°C。此时,将搅拌单元设定为高搅拌速率 (400 转每分),实现异氰酸酯组分在稀释液中的良好分布 (分散)。当已经实现 60°C 恒温时,使反应混合物通过滴液漏斗 (在大约 5 分钟内) 添加 2g 催化剂溶液 (氢氧化三甲基苄基铵在甲醇 /2- 乙基己醇中的溶液,浓度 1.0%) 引发反应。温度在 30 分钟内升高 5°C。在该温度下继续搅拌。在全部 90 分钟反应时间内,反应混合物保持极高的稀液状,从而易于搅拌。其通过水浴冷却容易地除去产生的热量。当 HDI 相达到 39.0% 的 NCO 含量时,反应混合物通过添加 0.5g 磷酸二丁酯终止。随后,进一步搅拌反应混合物 2 小时,并冷却至室温。关闭搅拌器后,分离所述相。通过薄膜蒸馏后处理生成的多异氰酸酯相,提供具有以下特性的产物:

[0046] NCO 含量 :21.7%

[0047] 粘度 :2800mPas

[0048] 游离 HDI 含量 :0.1% (GC 分析)

[0049] 全氟辛烷含量 :< 0.05% (GC 分析)

[0050] 实施例 2 (非本发明 ;对比实验)

[0051] 在与实施例 1 相同的条件下,使 500g HDI 在不添加全氟辛烷的条件下于 60°C 采用 10g 催化剂溶液 (相对于 HDI,相同的催化剂浓度) 引发反应。在短暂诱导期后,温度在

4 分钟内升高接近 40℃,并通过水浴费劲地将其降至 60℃。反应混合物出现微黄色变色和明显粘度升高。30 分钟后,NC0 含量降至 31.6%。通过添加 2g 磷酸二丁酯立即终止反应。由于与实施例 1) 相比,低 NC0 含量导致了具有过高分子量和过高粘度的产物,从而使得对强烈低于产量运行的 (unterfahren) 反应混合物实施后处理是没有意义的。

[0052] 在本发明情况 (实施例 1) 下,过量添加催化剂不会导致临界安全状态;可将温度保持非常恒定,不会发生粘度以及搅拌性能变化。在任何时间均实现有效的吸热和散热。相反,在非本发明情况 (实施例 2) 中,尽管规模较小 (涉及大表面积,和由此导致的有效冷却),仍然观察到较大的不利温度效果和粘度效果。这种温度突变在工业规模上是不可控制的。

[0053] 实施例 3 (本发明)

[0054] 向具有安装的冷凝器和干燥管、氮气导管、温度计和搅拌单元的 5 升 4 颈圆底烧瓶中预先装填 1200g HDI,将该初始装料抽真空脱气和每次均用 N₂ 充气 3 次。向其中加入 2400g 轻质汽油 (Leichtbenzin) (沸点 80-95℃),并将装料加热至 60℃。在 400 转每分下剧烈搅拌以实现异氰酸酯组分在稀释剂中的良好分布 (乳化)。由 60℃ 温度开始,将两相反应混合物通过经约 60 分钟逐份添加共 27g 催化剂溶液 (氢氧化三甲基苄基铵在 2-乙基己醇 /2-乙基-1,3-己二醇中的溶液,浓度 0.5%) 引发反应。温度通过采用热水浴的温和冷却保持在 60-65℃;未观察到明显放热。全部 70 分钟反应时间内,反应混合物保持极高的稀液性,从而易于搅拌。当全部混合物达到 13.7% 的 NC0 含量时,通过添加 5.5g 2 重量% 浓度磷酸二丁酯在 HDI 中的溶液终止该反应混合物,然后继续搅拌 30 分钟。相分离后,分离除去轻质汽油,并 80℃ /10 毫巴下由低沸点蒸发器中首先分离用轻质汽油饱和的多异氰酸酯相,然后采用薄膜蒸馏处理粗三聚体。由此提供具有以下特性的多异氰酸酯:

[0055] NC0 含量:19.9%

[0056] 粘度:4300mPas

[0057] 游离 HDI 含量:< 0.03% (GC 分析)