



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

# PATENTSCHRIFT 141 975

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

(11) 141 975 (45) 04.06.80 Int. Cl.<sup>3</sup> 3(51) C 08 G 18/06  
(21) WP C 08 G / 200 569 (22) 15.08.77

- 
- (71) siehe (72)  
(72) Maaß, Hans-Jürgen, Dr. Dipl.-Ing.; Michalke, Klaus, Dipl.-Ing.; Lehmann, Peter, Dipl.-Ing.; Heidtmann, Udo; Kutscher, Dietrich, Dipl.-Chem.; Müller, Karl-Heinz, Dipl.-Chem., DD  
(73) siehe (72)  
(74) Dipl.-Jur. Siegfried Walther, VEB Komplett Chemieranlagen Dresden, VEB Chemieranlagenbaukombinat Leipzig/Grimma, Leitstelle für Schutzrechtspolitik, 8012 Dresden, Ernst-Thälmann-Straße 25-29
- 

- (54) Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polyurethanprodukten
- 

(57) Es sollen Polyurethanprodukte von sehr hoher Einheitlichkeit geschaffen werden. Die Vorrichtung soll sich durch einen hohen Selbstreinigungseffekt auszeichnen. Die polyurethanbildende Reaktion wird in der Phase des Durchmischens in einem Reaktor bei steigender Temperatur von 60 bis 120 °C bis zu einem Umsatz von 75 bis 85% bei Reynoldszahlen von  $10^2$  bis  $10^4$  und einem Schergefälle zwischen dem Rührer und der Reaktorwandung von nicht mehr als 700/s durchgeführt. Danach wird die Reaktion ohne Durchmischung weitergeführt. Die zur Durchführung des Verfahrens benutzte Vorrichtung besteht aus einem senkrecht angeordneten, zylindrischen Reaktor, in dem ein wandgängiger Blattrührer vorgesehen ist. Die Rührerblätter werden aus axialen und radialen Stegen gebildet. Beim Betrieb der Vorrichtung bilden sich im Reaktionsgemisch mehrere übereinanderliegende Strömungszellen mit nahezu gleicher radialer und axialer Ausdehnung aus. Unterhalb des Reaktors ist eine Bandanlage angeordnet, auf der die aus dem Reaktor austretenden Polyurethanprodukte ohne Durchmischung weiter reagieren.

#### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung wird in der chemischen Industrie angewendet. Die erfindungsgemäß hergestellten Polyurethanprodukte können zur Extrusion von Folien, Schläuchen u. dgl., zur Herstellung von Spritzgußartikel, als Textilbeschichtungsmasse und als Klebstoffe eingesetzt werden.

#### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Durchführung von Reaktionen zur Herstellung von Polyurethanprodukten bereitet bekanntermaßen eine Reihe von Schwierigkeiten. Neben der genauen Dosierung der Einsatzkomponenten ist eine exakte Reaktionsführung, insbesondere im Hinblick auf die Homogenität des aus dem Reaktor austretenden Reaktionsgemisches, von Bedeutung. Eine intensive Durchmischung ist Voraussetzung für die exakte Reaktionsführung und die Herstellung einheitlicher und hochwertiger Produkte. Der Verwirklichung einer intensiven Durchmischung stehen aber entscheidende Schwierigkeiten auf Grund der Eigenschaften des Reaktionsgemisches entgegen. Das Reaktionsgemisch neigt während der Reaktion und bei fortgeschrittenem Umsatz bei außergewöhnlich stark steigender Viskosität zum Kleben an den Apparate teilen und führt damit zu Ansätzen, Verkrustungen und Verstopfungen.

Gemäß der DDR-Patentschrift 77 592 hat man versucht, die Einsatzkomponenten zunächst intensiv zu durchmischen und danach die polyurethanbildende Reaktion auf einem endlosen umlaufenden Band durchzuführen. Das Gemisch tritt dabei in flüssiger Form auf das Band, auf dem die Reaktion ohne weitere Durchmischung stattfindet. In der Mischkammer sind zwei Mischquirle angeordnet, die mit gleicher Drehrichtung umlaufen.

Unterhalb der Mischkammer ist das umlaufende endlose Förderband angeordnet, welches mit Hilfe erwärmter Luft temperiert wird.

Bei diesem Verfahren werden die Einsatzstoffe nach intensiver Durchmischung auf das Band gebracht und dort die Reaktion eingeleitet. Der Erwärmungsprozeß auf dem Band und die danach erfolgende Reaktion finden ohne weitere Durchmischung statt. Durch den vollständigen Reaktionsablauf auf dem Band ohne Durchmischung kommt es zu lokalen Überhitzungen im Kern der Schmelze und zur Abkühlung an der Oberfläche. Dies führt zu unterschiedlichen Reaktionsgeschwindigkeiten und damit zu einem inhomogenen Produkt. Das trifft vor allem daher zu, weil die gesamte polyurethanbildende Reaktion auf dem Band durchgeführt wird. Weiterhin können durch die hohe NCO-Konzentration an der Oberfläche der Schmelze Nebenreaktionen, hervorgerufen durch Luftfeuchtigkeit, auftreten, die zur Vernetzung und damit zusätzlich zu Inhomogenitäten des Endproduktes führen. Außerdem kommt es während des Erwärmungsprozesses auf dem Band während der Reaktion zu Entmischungserscheinungen der Einsatzstoffe, wodurch weitere Inhomogenitäten im Endprodukt entstehen.

Bekannt ist, daß bei derartigen Anlagen in der Mischkammer bereits ein Teil der polyurethanbildenden Reaktion stattfindet. Aber weder die Mischkammer noch die darin vorgesehenen Rührer sind dieser Reaktion angepaßt. Dadurch kommt es während des Betriebes an der Wandung der

Mischkammer zur Bildung von Krusten, die einerseits das Entstehen eines ungleichmäßigen Produktes bewirken und andererseits zur Verstopfung und damit zum Stillstand des Betriebes der Mischkammer führen. Darüber hinaus unterliegt das Reaktionsgemisch auf Grund der Strömungscharakteristik in der Mischkammer einer ständigen Rückvermischung, wodurch ein breites Verweilzeitspektrum und somit ein ungleichmäßiges Endprodukt mit nur durchschnittlichen Eigenschaften entsteht. Die Mischkammer ist oben offen, wodurch eine gesundheitsgefährdende Wirkung durch die austretenden Dämpfe der Einsatzstoffe entsteht. Die Lärmbelästigung ist hoch. Die Dauerbetriebseigenschaften der Mischkammer sind mangelhaft.

In der BRD-OS 1 520 572 wird eine Vorrichtung zum Herstellen von Mischungen, insbesondere von Urethanschaum, beschrieben, die aus einem zylindrischen Gehäuse besteht, dessen unterer Teil kegelstumpfförmig ausgebildet ist. In dem Gehäuse ist ein Schaufelrührer angeordnet. Der Schaufelrührer weist vier Schaufelblätter auf, die um die Rührerwelle herum angeordnet und mit dieser durch Drehkreuze verbunden sind. Die Schaufelblätter verlaufen parallel zu den Seitenwandungen des Gehäuses und in geringem Abstand von diesem. Der in dem unteren Gehäuseteil vorgesehene Rührerteil besteht aus einer einzigen Schaufel von im wesentlichen dreieckiger Form. Diese Schaufel vermittelt der flüssigen Mischung eine aufwärts gerichtete Komponente. Die Drehzahl des Rührers beträgt 450 bis 700 Umdrehungen in der Minute. Die zu vermischenden Flüssigkeiten werden beim Eintritt in das Gehäuse auf Grund der von den Schaufelblättern erzeugten Wirbelbildung nach unten gesaugt und die sich dabei ergebende Mischung wird dann durch die untere Schaufel nach oben gedrückt. Auf diese Weise unterliegen die Reaktionskomponenten in diesem Mischkopf einer ständigen Rückvermischung. Der Mischkopf wird diskontinuierlich betrieben. Nach jedem Misch-

vorgang muß der Mischkopf auf Grund der unzureichenden Selbstreinigung jeweils mit Hilfe eines Lösungsmittels gereinigt werden.

Da man mit der beschriebenen Bandtechnologie nur ein inhomogenes Produkt erhält, das außerdem noch eine unregelmäßige Form aufweist und dadurch für Spritzgußverarbeitung und zur Extrusion nur bedingt geeignet ist, ging man dazu über, die polyurethanbildende Reaktion unter ständiger Durchmischung und gleichzeitiger Formgebung in selbstreinigenden Doppelschneckenextrudern durchzuführen. Solche Verfahren zur Herstellung von Polyurethanprodukten in Extrudern werden z. B. in der BRD-OS 1 964 834 und in der USA-Patentschrift 3 233 025 beschrieben. Hierbei werden die Reaktanten kurzzeitig vermischt und danach wird im Extruder die polyurethanbildende Reaktion durchgeführt. Darüber hinaus werden in den BRD-OS 2 059 570 und 2 447 368 Verfahren beschrieben, bei denen die Reaktanten ohne Vormischung direkt in den Extruder dosiert werden.

Derartige selbstreinigende Extruder erfordern jedoch einen großen apparativen Aufwand. Die Umsetzung der Komponenten im Extruder erfolgt meistens in Gegenwart von Gleitmitteln, die eine Weiterverarbeitung der Polyurethanprodukte in Form von Lösungen, z.B. für Beschichtungszwecke, erschweren. In der letzten Zeit ist der Bedarf an Polyurethanprodukten, die in Form von Lösungen verarbeitet werden (Beschichtungsmassen und Kleberrohstoffe) sprunghaft gestiegen. Bei dieser Verarbeitung in Form von Lösungen ist die Granulatform von untergeordneter Bedeutung gegenüber der beim Spritzgießen und bei der Extrusion.

### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, bei der kontinuierlichen Herstellung von Polyurethanprodukten die Reaktion unter solchen Bedingungen durchzuführen, daß ein Produkt von sehr hoher Einheitlichkeit entsteht, welches frei von Gelteilchen und Einschlüssen ist. Die Vorrichtung soll einen hohen Selbstreinigungseffekt aufweisen. Sie soll so ausgebildet sein, daß das Entstehen von Krusten und Verstopfungen im Reaktionsbehälter verhindert wird. Die Vorrichtung soll sich damit durch eine hohe Betriebssicherheit, einfache Bedienbarkeit und hohe Schutzgüte auszeichnen.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyurethanprodukten zu entwickeln, bei dem der Hauptumsatz der polyurethanbildenden Reaktion nicht auf dem Band, sondern in der Phase des Durchmischens unter solchen Bedingungen durchgeführt wird, daß ein homogenes Reaktionsgemisch entsteht, das einen über die Betriebszeit gleichbleibenden Umsatz aufweist. Gleichzeitig soll eine zur Durchführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung geschaffen werden, in der solche Strömungsverhältnisse vorliegen, daß die Einsatzkomponenten in radialer Richtung ständig durchmischt werden, in axialer Richtung annähernd eine Pfropfenströmung entsteht und die Bildung von Ansätzen bzw. Verkrustungen an dem Rührer und an der Behälterwandung vermieden wird.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man die Reaktionskomponenten in der Phase des Durchmischens bei steigender Temperatur von 60 bis 120 °C bis zu einem Umsatz von 75 bis 85 % bei Reynoldszahlen von  $10^2$  bis  $10^4$  und einem Schergefälle zwischen dem Rührer und der Reaktorwandung von nicht mehr als 700/Sek. durchmischt.

Die Reaktion findet damit im Übergangsbereich von laminarer zu turbulenter Strömung statt. Bedeutsam für die Reaktion ist weiterhin, daß sie bei der Ausbildung von mehreren übereinanderliegenden Strömungszellen mit nahezu gleicher radialer und axialer Ausdehnung durchgeführt wird. Das Reaktionsgemisch fließt anschließend auf ein endloses umlaufendes Band, auf dem die Reaktion bis zu einem Umsatz größer 95 % fortgesetzt wird.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden damit 75 - 85 % der NCO-Gruppen unter ständiger Durchmischung zur Reaktion gebracht, so daß auf dem Band auf Grund der geringen NCO-Konzentration lokale Überhitzungen, Nebenreaktionen und Entmischungerscheinungen weitestgehend vermieden werden. Damit wird es möglich, auch mit der im Vergleich zur Verwendung von Doppelschneckenextrudern einfach zu betreibenden Bandanlage, ein homogenes Endprodukt mit hochwertigen Eigenschaften herzustellen.

Bei der zur Durchführung des Verfahrens dienenden Vorrichtung sind die die Rührerblätter bildenden Stege und die Durchtrittsöffnungen so angeordnet und ausgebildet, daß sich in einer Durchtrittsöffnung jeweils zwei übereinanderliegende Strömungszellen ausbilden, deren radiale und axiale Ausdehnung gleich groß sind. Die Stege weisen einen rechteckigen Querschnitt auf und sind im rechten Winkel zur Rührerachse an der Rührerwelle befestigt, wobei ihre Breitseite in Richtung der Rührerachse verläuft. Sie sind damit so angeordnet und ausgebildet, daß eine Aufwärtsströmung in Richtung des Zulaufes für die Einsatzstoffe über eine Strömungszelle hinaus vermieden wird. Die Rührerblätter weisen somit eine am Rührer und an der Reaktorwandung kleinstwirbelbildende Gestalt auf.

Die Ausbildung von jeweils zwei übereinanderliegenden Strömungszellen in einer Durchtrittsöffnung mit gleich großer radialer und axialer Ausdehnung wird von der Form

der Durchtrittsöffnungen, vom Anstellwinkel der die Rührerblätter bildenden Stege, von der Drehzahl des Rührers und der Viskosität des Reaktionsgemisches beeinflusst. Dies wird erfindungsgemäß durch die rechteckige Gestaltung der Durchtrittsöffnung, deren Höhe etwa doppelt so groß ist wie ihre Breite, durch den gleichen Anstellwinkel der Stege wie ihn die Rührerachse aufweist und durch die Viskosität des Reaktionsgemisches unterhalb von 5 Poise und Reynoldszahlen von  $10^2$  bis  $10^4$  erreicht.

Als Einsatzkomponenten für die Reaktion kommen die für die Polyurethanherstellung bekannten Isocyanate, wie beispielsweise 4,4-Diphenylmethandiisocyanat, 1,4-Toluylendiisocyanat u. dgl. in Betracht. Ebenso benutzt man auch die hierfür üblichen Polyole, wie Polyester, Polyäther, Polyesteramide u. dgl. Weiterhin werden niedermolekulare Diole als Kettenverlängerer eingesetzt, wie beispielsweise Glykole, Diamine, Aminoalkohole usw., wobei 1,4-Butandiol bevorzugt angewendet wird. Darüber hinaus können noch Katalysatoren, Gleitmittel, Füllstoffe usw. mit den Einsatzkomponenten zugegeben werden.

Bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden in der Regel etwa stöchiometrische Verhältnisse zwischen den NCO-Gruppen und den OH-Gruppen eingehalten. Das NCO:OH-Verhältnis wird im allgemeinen zwischen 0,96 und 1,05 liegen.

Im Sinne der Erfindung werden unter Polyurethanprodukten Elastomere, Textilbeschichtungsmassen, Prepolymere und Klebrohstoffe aus Polyurethan verstanden. Polyurethanschäume sollen von der Erfindung nicht erfaßt werden.

Die Erfindung bringt den Vorteil mit sich, daß auf Grund der erfindungsgemäß geschaffenen Reaktionsbedingungen und der erfindungsgemäßen Konstruktion der Mischvorrichtung diese eine exakte Reaktionsführung gestattet, einen hohen Selbstreinigungseffekt aufweist

und damit das Entstehen von Krusten an der Behälterwandung und an dem Rührer weitestgehend verhindert wird. Dadurch treten Verstopfungen nicht mehr auf. Somit weist die Vorrichtung eine hohe Betriebssicherheit auf. Die Vorrichtung zeichnet sich durch geringe Lärmbelästigung und einfache Bedienbarkeit aus. Bei der obengeschlossenen Ausführungsform werden die gesundheitsschädigenden Wirkungen der giftigen Einsatzstoffe praktisch vollkommen vermieden.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert. In der Zeichnung ist ein Schnitt durch eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polyurethanprodukten dargestellt.

#### Beispiel 1

Aus 100 Gewichtsteilen eines linearen Polyesters auf der Basis Adipinsäure, 1,4-Butandiol und 1,2-Äthandiol (Molekulargewicht 2000, OH-Zahl 55, Wassergehalt 0,01 %, Temperatur 80 °C), 9,9 Gewichtsteilen 1,4-Butandiol (Wassergehalt 0,1 %, Temperatur 50 °C) und 1,8 Gewichtsteilen Stabaxol (Temperatur 50 °C) wird ein Gemisch hergestellt. Dieses Gemisch wird gleichzeitig kontinuierlich mit 42 Gewichtsteilen 4,4'-Diphenylmethandiisocyanat (MDI), welches eine Reinheit von 99,8 % und eine Temperatur von 60 °C aufweist, in den Reaktor 1 gebracht und dort mit Hilfe eines Blattrührers intensiv vermischt, wobei die Reaktion zwischen den Einsatzkomponenten beginnt.

Um die Reaktion bei nahezu gleichbleibender Viskosität durchführen zu können und auf diese Weise günstige Bedingungen für die Durchmischung zu schaffen, wird die Temperatur des Reaktionsgemisches mit fortschreitender

Reaktion erhöht. Die Temperaturerhöhung erfolgt einerseits von selbst durch die bei der Reaktion freiwerdende Wärme und andererseits durch eine Wärmezufuhr von außen. Zu diesem Zweck ist der Reaktor 1 mit einem Heizmantel 2 versehen. Die Temperatur des Reaktionsgemisches beträgt im obersten Teil des Reaktors 1 und damit in der Nähe des Produkteintritts  $70^{\circ}\text{C}$  und im unteren Teil in der Nähe des Produktaustritts  $90^{\circ}\text{C}$ . Auf diese Weise kann die Viskosität des Reaktionsgemisches trotz fortschreitendem Umsatz im gesamten Mischbehälter praktisch gleich groß gehalten werden. Sie beträgt etwa 150 cP. Von entscheidender Bedeutung für die Qualität des Endproduktes und den Ablauf der polyurethanbildenden Reaktion ist die Gewährleistung eines engen Verweilzeitspektrums des Reaktionsgemisches bei ausreichender Intensität der Durchmischung der Einsatzprodukte. Um dieses Ziel zu erreichen, erfolgt die Durchmischung im Übergangsbereich von laminarer zu turbulenter Strömung, d.h. bei Reynoldszahlen von  $10^2$  bis  $10^4$ .

Durch eine Drehzahl des Blattrührers von 300 U/min und durch dessen konstruktive Gestaltung werden unter diesen Bedingungen im Reaktionsgemisch mehrere übereinanderliegende Strömungszellen gebildet, deren radiale und axiale Ausdehnung etwa gleich groß ist. Unter Strömungszellen werden hierbei Wirbel verstanden, die auf Grund ihrer gleich großen radialen und axialen Ausdehnung eine Ringform aufweisen. Dabei sind die Wirbel jeweils so groß, daß sie einerseits sich gegenseitig so beeinflussen, daß ein Stofftransport von einem Wirbel in einen anderen weitestgehend vermieden wird und andererseits zwischen diesen Wirbeln keine Ruhephase (Totraum) vorhanden ist. Auf diese Weise wird die auf den Reaktionsablauf negativ wirkende axiale Vermischung weitestgehend vermieden und gleichzeitig ständig der gesamte Reaktionsraum des Reaktors 1 für eine ausreichend intensive radiale Vermischung im Bereich der Strömungszellen genutzt.

An der Oberfläche dieser Strömungszellen werden ständig Kleinstwirbel gebildet. Diese Kleinstwirbel bewirken eine intensives Umspülen der Rührerblätter und der Behälterwandung und verhindern damit das Ansetzen von Feststoffen bzw. Krusten an diesen Apparateteilen. Diese Wirkung ist von erheblicher Bedeutung für den Betrieb der Vorrichtung, da hierdurch Ausfallzeiten zum Reinigen der Vorrichtung oder sonstige Betriebsstörungen, die durch die Krustenbildung entstehen, wegfallen. Außerdem werden dadurch Inhomogenitäten des Endproduktes vermieden.

Die Hauptströmungsrichtung im Reaktor 1 wird durch die Anordnung des Zulaufes am oberen Teil und die Anordnung des Ablaufes am unteren Teil des Reaktors 1 bewirkt.

Diese Hauptströmungsrichtung bewirkt ihrerseits einen Stofftransport von einer Strömungszelle in die darunterliegende Strömungszelle, ohne daß hierbei eine Rückvermischung stattfindet. Die Größe des Stofftransportes in die jeweils darunterliegende Strömungszelle wird lediglich von der Menge der zugeführten bzw. des abgeführten Produktes beeinflußt. Auf diese Weise wird im Reaktor 1 annähernd eine Pfropfentströmung erreicht, wodurch ein enges Verweilzeitspektrum entsteht.

Nach einer Verweilzeit von 1,2 min im Reaktor 1 ist ein Umsatz von 78 % erreicht. Das Reaktionsprodukt tritt dann auf ein temperiertes Stahlband, auf dem es zunächst eine Heizzone mit maximal 140 °C durchläuft, wobei es erstarrt. Das Reaktionsprodukt wird am Bandende mit einer Temperatur von ca. 100 °C in Form von ca. 6 mm starken Platten entnommen. Diese werden nach einer Zwischenlagerung von ca. 3 Tagen in einer Messermühle zerkleinert.

Das hergestellte Produkt ist homogen und frei von Einschlüssen. Aus diesem Produkt wurde eine Lösung hergestellt, die 25 Gew.-% Polyurethan und 75 Gew.-% Dimethylformamid enthält. Die Lösung war klar und frei von Gelteilchen. Eine aus der Lösung hergestellte Folie

wies folgende Kennwerte auf:

Reißfestigkeit	432 kp/cm <sup>2</sup>
Spannung bei 100 % Dehnung	40 kp/cm <sup>2</sup>
Reißdehnung	847 %

Das auf diese Weise hergestellte Polyurethanprodukt wird als Textilbeschichtungsmasse verwendet.

#### Beispiel 2

Die polyurethanbildende Reaktion beginnt in dem zylindrischen Reaktor 1.

Dieser ist senkrecht angeordnet. Sein Innendurchmesser beträgt 125 mm. Er weist einen Heizmantel 2 auf, der eine Wärmezuführung von außen ermöglicht. In dem Reaktor 1 ist der Blattrührer 3 vorgesehen, wobei die Achse der Rührerwelle einen senkrechten Verlauf aufweist. Der Blattrührer 3 besteht aus der Rührerwelle und zwei radial angeordneten gegenüberliegenden Rührerflügeln, welche entlang der Rührerwelle über die gesamte Reaktorhöhe verlaufen. Die beiden Rührerflügel bestehen jeweils aus einem senkrecht verlaufenden inneren und einem äußeren Axialsteg, wobei der innere Axialsteg 4 unmittelbar an der Rührerwelle angebracht und der äußere Axialsteg 5 im Abstand von der Rührerwelle angeordnet ist. Die Verbindung zwischen dem inneren Axialsteg 4 und dem äußeren Axialsteg 5 erfolgt jeweils über mehrere Radialstege 6. Die untersten und die obersten Radialstege 6 begrenzen die Höhe des Blattrührers 3. Der Abstand der Radialstege 6 zueinander entspricht in seiner Größe dem Durchmesser des Blattrührers 3. Der Abstand zwischen den beiden äußeren Axialstegen 5 und der Wandung des Reaktors 1 ist möglichst gering. Das gleiche betrifft auch den Abstand zwischen den obersten und untersten Radialstegen 6 und der Behälterwandung. Er ist nicht größer als

3,5 mm. Dies trägt entscheidend dazu bei, das Schergefälle zwischen dem Blattrührer 3 und der Behälterwandung möglichst groß zu gestalten. Der von den Axialstegen 4, 5 und Radialstegen 6 umschlossene Raum bildet die Durchtrittsöffnungen 7 für die zu durchmischende Flüssigkeit. Damit sich in einer Durchtrittsöffnung 7 jeweils zwei übereinanderliegende Strömungszellen ausbilden, ist der Abstand zwischen zwei Radialstegen 6 so groß, daß er dem Außendurchmesser des Blattrührers 3 entspricht. Dabei wird jeweils von Mitte zu Mitte der Radialstege 6 gemessen.

Für den Energieeintrag zur Ausbildung der gewünschten Strömungszellen in der zu durchmischenden Flüssigkeit ist weiterhin die Gestalt und Größe der Radialstege 6 von Bedeutung. Sie sind rechteckig ausgebildet. Ihre Höhe beträgt das 0,08fache des Außendurchmessers des Blattrührers 3. Zur Erläuterung sei beigefügt, daß hierbei unter der Höhe der Radialstege 6 ihr axialer Verlauf zu verstehen ist. Die Radialstege 6 sind in keinem besonderen Anstellwinkel zur Rührerachse angeordnet, d.h., ihre Breitseite (Höhe) verläuft genau axial. Die äußeren Axialstege 5 haben weniger die Aufgabe, Energie in die zu durchmischende Flüssigkeit einzutragen. Ihre Aufgabe besteht vielmehr darin, an der Behälterwandung eine kräftige Spülwirkung zu erzeugen und damit die Bildung von Krusten u. dgl. an der Behälterwandung zu vermeiden. Aus diesem Grunde beträgt die Breite der äußeren Axialstege 5 in radialer Richtung gesehen auch nur das 0,04fache des Außendurchmessers des Blattrührers 3. Die gleiche Abmessung weisen auch die beiden inneren Axialstege 4 auf.

Die Rührerwelle steht über eine Kupplung und ein Getriebe mit einem Motor in Verbindung, der den Antrieb des Blattrührers 3 bildet. Die Drehzahl dieses Blattrührers 3 beträgt 300 U/min. Die Rührerwelle ist mit Hilfe einer Dichtung, welche in der Zeichnung nicht dargestellt ist,

gegenüber dem Reaktor 1 abgedichtet. Dafür kann eine Stopfbuchsichtung, eine Gleitringdichtung oder dgl. in Betracht kommen.

Am oberen Teil des Reaktors 1 sind die Eintrittsstutzen für die Einsatzkomponenten vorgesehen. Diese sind radial am Reaktor 1 angeordnet. Der erste Eintrittsstutzen 8 steht über eine Leitung mit der Dosierpumpe zur Förderung des Isocyanates in Verbindung. Der zweite Eintrittsstutzen 9 ist über eine Leitung mit einem Statikmischer verbunden, in dem die restlichen Einsatzkomponenten Polyester, 1,4-Bu-  
tandiol und Stabaxol vorgemischt werden. Diese Einsatzkomponenten werden ebenfalls mit Hilfe von Dosierpumpen in den Statikmischer und danach in den Reaktor 1 gefördert.

Am Boden des Reaktors 1 ist eine Auslauföffnung vorgesehen, die durch den federbelasteten Kegel 10 verschlossen bzw. teilweise geöffnet ist. Dieser Kegel 10 wird mit Hilfe eines Hebels gehalten und durch die Feder 11 nach oben, also gegen die Auslauföffnung des Reaktors 1, gezogen und verschließt dadurch die Auslauföffnung. Die Feder 11 ist an einen Gewindebolzen befestigt, dessen Stellung durch die Mutter 12 in vertikaler Richtung verändert werden kann. Auf diese Weise kann die Vorspannung der Feder 11 und damit der Anpreßdruck des Kegels 10 gegen die Auslauföffnung des Reaktors 1 verändert werden. Die Federkraft wird mit Hilfe der Mutter 12 so eingestellt, daß sich im Reaktor 1 der gewünschte Füllstand einstellt. In der Regel wird die Federkraft so eingestellt, daß der Reaktor 1 vollständig mit dem Reaktionsgemisch gefüllt ist. In diesem Fall wird das Austreten des Reaktionsgemisches durch den von den Dosierpumpen erzeugten Druck bewirkt.

An dem Statikmischer ist ein Kontaktmanometer angebracht, an dem der in dem Statikmischer und damit der in dem Reaktor 1 vorliegende Druck ablesbar ist. Dieses Kontakt-

manometer dient somit als Sicherheitseinrichtung für den Reaktor 1 bei Verstopfungen seiner Auslauföffnung. Wird ein einstellbarer Maximaldruck überschritten, dann wird automatisch die Zuführung der Einsatzkomponenten in den Reaktor 1 unterbrochen. Anhand des vom Kontaktmanometer ablesbaren Druckes wird die Federkraft eingestellt.

Unter dem Reaktor 1 ist ein umlaufendes, endloses Stahlband 13 vorgesehen, welches auf Stahlrollen läuft, und von einem Motor angetrieben wird. Unter dem Stahlband sind Heizstrahler angeordnet. An dem Ende des Stahlbandes 13, das dem Reaktor 1 gegenüberliegt, ist eine Schere vorgesehen, die das erstarrte Polyurethan zu Platten schneidet.

Beim Betrieb der Vorrichtung werden die Einsatzstoffe Polyester, 1,4-Butandiol und Stabaxol mit Hilfe der Dosierpumpen aus den entsprechenden Vorratsbehältern in den Statikmischer gefördert und dort gemischt. Dieses Gemisch wird über den zweiten Eintrittsstutzen 9 in den oberen Teil des Reaktors 1 gefördert. Gleichzeitig wird das Isocyanat in geschmolzener Form mittels einer Dosierpumpe aus einem Vorratsbehälter /über den ersten Eintrittsstutzen 8/ in den oberen Teil des Reaktors 1 gebracht. Beim Eintreten der Einsatzkomponenten in den Reaktor 1 werden diese von den Rührerblättern erfaßt und vermischt. Beim Zusammentreffen der Einsatzkomponenten beginnt sofort die polyurethanbildende Reaktion.

Auf Grund der konstruktiven Gestaltung des Blattrührers 3, dessen Drehzahl von 300 U/min, der Gestaltung des Reaktors 1, der Viskosität des Reaktionsgemisches unterhalb von 5 Poise und der Stoffeigenschaften des Reaktionsgemisches werden im Reaktionsgemisch mehrere übereinanderliegende Strömungszellen gebildet, deren radiale und axiale Ausdehnung etwa gleich groß ist.

Nachdem ein Umsatz von 78 % erreicht ist, fließt das Reaktionsgemisch durch die Auslauföffnung des Reaktors 1 auf das Stahlband 13, wo die Reaktion bis zu einem Umsatz von ca. 95 % fortgesetzt wird. Das Stahlband 13 wird von einem Motor angetrieben. Damit erfolgt ein Transport des Reaktionsgemisches bzw. des gebildeten Polyurethans auf dem Stahlband 13. Da bei dem letzten Teil der polyurethanbildenden Reaktion nur noch wenig Reaktionswärme frei wird, kühlt sich die gebildete Polyurethanmasse ab. An dem dem Reaktor 1 gegenüberliegenden Ende des Stahlbandes 13 wird die erstarrte Polyurethanmasse mit Hilfe einer Schere zu Platten geschnitten. Diese werden nach einer Zwischenlagerung einer Granulierung zugeführt.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polyurethanprodukten aus einem Isocyanat, einem Polyol mit einem Molekulargewicht von ca. 2000 und einem niedermolekularen Diol, bei dem die Reaktionskomponenten unter Ausbildung mehrerer übereinanderliegender Strömungszellen durchmischt und dabei zur Reaktion gebracht werden und dann die Reaktion ohne weitere Durchmischen fortgesetzt wird, gekennzeichnet dadurch, daß man die Reaktionskomponenten bei steigender Temperatur von 60 bis 120 °C bis zu einem Umsatz von 75 bis 85 % bei Reynoldszahlen von  $10^2$  bis  $10^4$  und einem Schergefälle zwischen dem Rührer und der Reaktorwandung von nicht mehr als 700/Sek. durchmischt.

2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Punkt 1, bestehend aus einem senkrecht angeordneten zylindrischen Reaktor, der mit einem Zulauf für die Einsatzprodukte und einem Ablauf für die gebildeten Polyurethanprodukte versehen und in dem ein Rührer senkrecht angeordnet ist, der zwei gegenüberliegende, radial angeordnete Rührerblätter aufweist, die mit übereinanderliegenden Durchtrittsöffnungen versehen sind und unterhalb des Reaktors eine Bandanlage vorgesehen ist, auf der die aus dem Reaktor austretenden Polyurethanprodukte weiter reagieren, gekennzeichnet dadurch, daß die die Rührerblätter bildenden Stege und die Durchtrittsöffnungen so angeordnet und ausgebildet sind, daß sich in einer Durchtrittsöffnung jeweils zwei Strömungszellen ausbilden, deren radiale und axiale Ausdehnung gleich groß sind, wobei die Rührerblätter eine am Rührer und an der Reaktorwandung kleinstwirbelbildende Gestalt aufweisen.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

