

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Polyethercarbonatpolyolen durch Anlagerung von Alkylenoxiden und Kohlendioxid an H-funktionelle Startersubstanz in Gegenwart eines
5 Doppelmetallcyanid (DMC)-Katalysators oder in Gegenwart eines Metallkomplekkatalysators auf Basis der Metalle Zink und/oder Cobalt, wobei
(γ) Alkylenoxid und Kohlendioxid an H-funktionelle Startersubstanz in einem Reaktor bei einem Gesamtdruck (absolut) von 5 bis 120 bar in Gegenwart eines Doppelmetallcyanid-Katalysators oder in Gegenwart eines Metallkomplekkatalysators
10 auf Basis der Metalle Zink und/oder Cobalt angelagert werden, wobei ein Reaktionsgemisch enthaltend das Polyethercarbonatpolyol erhalten wird,
(δ) das in Schritt (γ) erhaltene Reaktionsgemisch im Reaktor verbleibt oder gegebenenfalls kontinuierlich in einen Nachreaktor überführt wird bei einem anfänglichen Gesamtdruck (absolut) von 5 bis 120 bar, wobei jeweils im Wege einer
15 Nachreaktion der Gehalt an freiem Alkylenoxid im Reaktionsgemisch reduziert wird, und wobei der Gesamtdruck (absolut) während des Schrittes (δ) um bis zu 50 % abnehmen kann, und
(ζ) der Gehalt an leicht flüchtigen Bestandteilen des erhaltenen Reaktionsgemischs bei einer Temperatur von 80°C bis 200°C thermisch reduziert wird,
20 dadurch gekennzeichnet, dass
(ε) vor dem Schritt (ζ) das aus Schritt (δ) resultierende Reaktionsgemisch auf einen Gesamtdruck (absolut) von $\leq 2,0$ bar gebracht wird und dann bei einer Temperatur von 80 bis 180°C für eine Verweilzeit von mindestens 0,5 h belassen wird, und nach Ablauf dieser Verweilzeit zum resultierenden Gemisch 5 bis 100 ppm Komponente K
25 zugegeben wird, wobei Komponente K ausgewählt ist aus mindestens einer Verbindung, die eine Phosphor-Sauerstoff-Wasserstoff-Gruppe enthält.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei in Schritt (ε) das Reaktionsgemisch vor dem Schritt (ζ) bei einer Temperatur von 80 bis 180°C für eine Verweilzeit von 1,0 h bis 20 h belassen wird,
30 und nach Ablauf dieser Verweilzeit zum resultierenden Gemisch 5 bis 100 ppm Komponente K zugegeben wird.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei in Schritt (ε) das Reaktionsgemisch vor dem Schritt (ζ) bei einer Temperatur von 80 bis 180°C für eine Verweilzeit von 1,0 h bis 20 h belassen wird,
35 und nach Ablauf dieser Verweilzeit zum resultierenden Gemisch 5 bis 75 ppm Komponente K zugegeben wird.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei in Schritt (ε) das Reaktionsgemisch vor dem Schritt (ζ) bei einer Temperatur von 100 bis 160°C für eine Verweilzeit von 1,0 h bis 20 h belassen wird, und nach Ablauf dieser Verweilzeit zum resultierenden Gemisch 5 bis 100 ppm Komponente K zugegeben wird.
- 5
5. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei in Schritt (ε) das Reaktionsgemisch vor dem Schritt (ζ) bei einer Temperatur von 100 bis 160°C für eine Verweilzeit von 2,0 h bis 10 h belassen wird, und nach Ablauf dieser Verweilzeit zum resultierenden Gemisch 5 bis 75 ppm Komponente K zugegeben wird.
- 10
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Komponente K, zusätzlich zu Schritt (ε), während Schritt (δ) bei einem Gehalt an freiem Alkylenoxid von 1 g/l bis 10 g/l Alkylenoxid zugegeben wird.
- 15
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei vor Schritt (γ)
- (β) zur Aktivierung eine Teilmenge (bezogen auf die Gesamtmenge der bei der Aktivierung und Copolymerisation eingesetzten Menge an Alkylenoxiden) von Alkylenoxid zu einer Mischung aus H-funktioneller Startersubstanz und DMC-Katalysator oder zu einer Mischung aus Suspensionsmittel und DMC-Katalysator zugesetzt wird, wobei diese
- 20
- Zugabe der Teilmenge an Alkylenoxid gegebenenfalls in Gegenwart von CO₂ erfolgen kann, und wobei dann die aufgrund der folgenden exothermen chemischen Reaktion auftretende Temperaturspitze („Hotspot“) und/oder ein Druckabfall im Reaktor jeweils abgewartet wird, und wobei der Schritt (β) zur Aktivierung auch mehrfach erfolgen kann.
- 25
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei in einem ersten Schritt
- (α) die H-funktionelle Startersubstanz oder ein Suspensionsmittel vorgelegt und gegebenenfalls Wasser und/oder andere leicht flüchtige Verbindungen durch erhöhte Temperatur und/oder reduziertem Druck entfernt werden („Trocknung“), wobei der
- 30
- DMC-Katalysator der H-funktionellen Startersubstanz oder dem Suspensionsmittel vor oder nach der Trocknung zugesetzt wird.
9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei in Schritt (γ) Alkylenoxid, H-funktionelle Startersubstanz und DMC-Katalysator während der Reaktion kontinuierlich in
- 35
- den Reaktor zudosiert werden in Gegenwart von Kohlendioxid und das resultierende Reaktionsgemisch kontinuierlich aus dem Reaktor entfernt wird.

10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei Komponente K ausgewählt ist aus mindestens einer Verbindung aus der Gruppe bestehend aus
Phosphorsäure,
Mono- und Dialkylester der Phosphorsäure,
5 Mono- und Diarylester der Phosphorsäure,
Mono- und Dialkarylester der Phosphorsäure,
(NH₄)₂HPO₄ ,
Phosphonsäure,
Monoalkylester der Phosphonsäure,
10 Monoarylester der Phosphonsäure,
Monoalkarylester der Phosphonsäure,
Phosphorige Säure,
Mono- und Dialkylester der Phosphorigen Säure,
Mono- und Diarylester der Phosphorigen Säure,
15 Mono- und Dialkarylester der Phosphorigen Säure,
Phosphinsäure.
11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei Komponente K ausgewählt ist aus mindestens einer Verbindung aus der Gruppe bestehend aus Phosphorsäure, Phosphonsäure,
20 und Phosphinsäure.
12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, wobei Komponente K Phosphorsäure ist.
13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei die H-funktionelle Startersubstanz
25 ausgewählt ist aus mindestens einer der Gruppe bestehend aus Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,3-Butandiol, 1,4-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 2-Methylpropan-1,3-diol, Neopentylglykol, 1,6-Hexandiol, 1,8-Octandiol, Diethylenglykol, Dipropylenglykol, Glycerin, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Sorbitol, Polyethercarbonatpolyole mit einem Molekulargewicht Mn im Bereich von 150 bis 8000
30 g/mol bei einer Funktionalität von 2 bis 3 und Polyetherpolyole mit einem Molekulargewicht Mn im Bereich von 150 bis 8000 g/mol bei einer Funktionalität von 2 bis 3.
14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, wobei in Schritt (δ) das in Schritt (γ) erhaltene Reaktionsgemisch kontinuierlich in einen Nachreaktor überführt wird, wobei der
35 Nachreaktor ein Rohrreaktor ist.

15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 14, wobei in Schritt (δ) das in Schritt (γ) erhaltene Reaktionsgemisch kontinuierlich in einen Nachreaktor überführt wird, wobei im Wege der Nachreaktion der Gehalt an freiem Alkylenoxid auf weniger als 0,5 g/l reduziert wird.
- 5
16. Polyethercarbonatpolyole erhältlich nach einem der Ansprüche 1 bis 15.
17. Polyethercarbonatpolyol-Mischung enthaltend Polyethercarbonatpolyol und Komponente K, wobei die Polyethercarbonatpolyole dadurch gekennzeichnet sind, dass mindestens 98 mol-% der Polyethercarbonatpolyol-Endgruppen aus jeweils einem terminalen Block von
- 10 % der Polyethercarbonatpolyol-Endgruppen aus jeweils einem terminalen Block von mindestens zwei Alkylenoxid-Einheiten bestehen und wobei Komponente K ausgewählt ist aus mindestens einer Verbindung, die eine Phosphor-Sauerstoff-Wasserstoff-Gruppe enthält.
- 15