



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

(11) DD 298 249 A5

5(51) C 08 G 65/30
C 08 K 5/18
C 08 L 71/00

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 08 G / 312 411 7	(22)	25.01.88	(44)	13.02.92
(71)	siehe (73)				
(72)	Güttes, Bernd, Dipl.-Chem.; Henning, Klaus; Großmann, Hans-Jürgen, Dipl.-Chem., Wagner, Klaus, Dipl.-Chem.; Wenzel, Marion, Dipl.-Chem.; Fritsch, Peter, Dr. rer. nat.; Winkler, Jürgen, Dipl.-Chem.; Schmidt, Gisela, Dipl.-Chem.; Romanowski, Helmut, Dr. rer. nat.; Marquardt, Renate, Dipl.-Chem., DE				
(73)	BASF Schwarzheide GmbH, O - 7817 Schwarzheide, DE				
(54)	Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen				

(55) Polyetheralkohole; Stabilisierung; Kernverfärbung; Vergilbung; Löslichkeit; Verträglichkeit; Modifizierung; Diphenylaminderivate; Alkylenoxide

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen für den Einsatz in Polyurethanen. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen unter Verbesserung der Verträglichkeit und Löslichkeit der Stabilisatoren, im Polyol und unter Verstärkung der komplexen Stabilisierungswirkung zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine Stabilisatorkombination verschiedener Diphenylaminderivate stufenweise zugesetzt und teilweise mit Alkylenoxiden modifiziert wird.

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen, die nach dem an sich bekannten Reaktionsmechanismus der basischen Alkoxylierung hergestellt und nach üblichen Bedingungen gereinigt werden, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Stabilisatorkombination verschiedener Diphenylaminderivate einzeln oder als Gemisch untereinander stufenweise zugesetzt wird, wobei 10% bis 80% der Gesamtmenge an zugesetztem Stabilisator vor, während oder nach dem Zusatz mit Alkylenoxid modifiziert und die Restmenge des Diphenylaminderivatzusatzes üblicherweise zugesetzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Modifizierung durch Zusatz der Diphenylaminderivate an reaktiven Stufen der Polyetheralkoholsynthese und/oder -reinigung und Reaktion mit dort vorliegenden Rest- und/oder gezielt dosierten Alkylenoxiden und/oder durch Reaktion der Diphenylaminderivate mit Alkylenoxid außerhalb des Herstellungs- und Nachreaktionsprozesses erfolgen kann.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß gemeinsam mit dem unsubstituierten Diphenylaminanteil ein oder mehrere Kostabilisatoren, wie sterisch gehinderte Phenole, zugesetzt werden können.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Diphenylaminderivate verschiedene, insbesondere in p- beziehungsweise p,p'-Stellung, alkylierte Diphenylamine, wie zum Beispiel p,p'-Diisooctyldiphenylamin, p-Isooctyldiphenylamin, aber auch unsubstituiertes Diphenylamin als Gemisch eingesetzt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als reaktive Stufen der Polyetheralkoholsynthese und -reinigung folgende Zeitpunkte ausgewählt werden: Endphase der Alkylenoxidanlagerung, Endphase der Alkylenoxidnachreaktion, vor der Reneutralisation und vor der Vakuumbehandlung.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der erste Teil des Stabilisatorzusatzes an den reaktiven Synthesestufen in einer Menge von 10% bis 40% der gesamten Stabilisatormenge und/oder an den reaktiven Reinigungsstufen in einer Menge von 10% bis 80% der gesamten Stabilisatormenge zugesetzt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die vollständige oder teilweise Umsetzung des Stabilisators mit Propylenoxid und/oder Ethylenoxid und/oder Propylenoxid/Ethylenoxidgemischen erfolgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen für den Einsatz in Polyurethanen, hauptsächlich zur Herstellung elastischer Polyurethanschäume.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Polyurethanschäumstoffe werden nach dem bekannten Stand der Technik nach dem Isocyanat-Polyadditions-Verfahren aus Verbindungen mit mehreren aktiven H-Atomen, insbesondere OH-Gruppen enthaltende Verbindungen, insbesondere Polyethern und Polyisocyanaten, gegebenenfalls unter Mitverwendung von Wasser und/oder anderen Treibmitteln, Aktivatoren, Emulgatoren, Schaumstabilisatoren und Antioxydantien in großem Maße technisch hergestellt. Die verwendeten Polyether werden insbesondere durch Polymerisation von Alkylenoxiden mit sich selbst oder an H-funktionelle Startsubstanzen entweder nach den Verfahren der basisch katalysierten anionischen Polymerisation oder den Verfahren der sauer oder komplex katalysierten kationischen Polymerisation hergestellt. Bei der großtechnischen Herstellung wird die anionische Polymerisation bevorzugt, und es werden als Startsubstanzen zwei- oder mehrfunktionelle alkoholische Substanzen oder Amine beziehungsweise Aminoalkohole, insbesondere Ethylenglykol, Propylenglykol, Glycerol, Trimethylolpropan, Sorbit und andere Zuckeralkohole, Saccharose und andere Saccharide, Ethylendiamin, Diethylentriamin oder Triethyltetraamin, als Gemisch untereinander oder im Gemisch mit weiteren H-funktionellen Substanzen eingesetzt und unter Zusatz basischer Katalysatoren, insbesondere von Alkali- beziehungsweise Erdalkalihydroxiden mit niederen Alkylenoxiden, insbesondere Ethylenoxid und/oder Propylenoxid, einzeln oder nacheinander in Form blockweiser Anlagerung oder gemeinsam in Form statistischer Anlagerung umgesetzt.

Die Reinigung der Rohpolyether nach der Synthese vom Katalysator und restlichem, nicht umgesetztem Alkylenoxid wird üblicherweise durch Säurezusatz zur Katalysatorneutralisation, durch Vakuumdestillation zur Entfernung des Wassers und des restlichen, nicht umgesetzten Alkylenoxides und durch Filtration der entstandenen Salze durchgeführt.

Synthetische Polymerisate, wie auch die durch Alkoxylierung hergestellten Polyether und die Polyurethane werden unter Wärme, Luftsauerstoff, Licht und weiterer Strahlung in Mitleidenschaft gezogen, insbesondere tritt eine Vergilbung ein, wodurch unter anderem das Aussehen verschlechtert wird. Die Herstellung des Polyurethans verläuft infolge der exothermen

Polyadditionsreaktion unter starker Wärmeentwicklung. Vor allem die Reaktionswärme der Schäumreaktion zwischen Polyisocyanat und Wasser und der Zersetzungsreaktion infolge thermischer Oxydation sind Hauptursachen der Wärmeentwicklung, insbesondere bei der Herstellung von Polyurethan-Weichschäumen. Insbesondere im Innenteil großer Schaumblöcke entstehen Temperaturen von 150°C bis 200°C, die infolge der schlechten Wärmeleitung nur langsam an den Rand abgegeben werden können, wodurch es zu Kernverfärbungen mit Schaumstoffschädigungen bis hin zur Selbstentzündung kommen kann. Aus diesen beiden Gründen – Vergilbung und Kernverfärbung – werden die Polyetheralkohole direkt nach der Reinigung oder kurz vor ihrem Einsatz zur Polyurethanherstellung mit einem Stabilisator mit der Wirkung als Antioxidant, UV-Absorber und/oder als Antivergilbungsmittel versetzt.

Insbesondere werden als Antioxydantien gemäß DOS 2945855, DOS 3409402 und USP 3781242 verschiedene sterisch gehinderte Phenol- beziehungsweise Kresolderivate einzeln, als Gemisch untereinander oder im Gemisch mit Hilfsantioxydantien wie Phosphiten oder Thioethern eingesetzt. Weiterhin ist es möglich, gemäß DAS 2065975, DOS 2012285, DOS 2031477, DOS 2719131 beziehungsweise DOS 2019767 als UV-Stabilisatoren Benzotriazole, Piperidinderivate, sterisch gehinderte Amine, Benzophenone, aromatische Salicylate und/oder Organo-Zinnverbindungen einzusetzen. Viele Stabilisatorsubstanzen haben einzeln angewendet eine zu geringe oder zu einseitige Wirksamkeit, zeigen eine störende Anfangsverfärbung des Polyetheralkohols, lösen sich nur unvollständig und sind mit dem Polyether oder dem später daraus herzustellenden Polyurethanschaum teilweise unverträglich. Zur Umgehung einzelner Nachteile bei der Polyetheralkohol-Stabilisierung werden Stabilisatorkombinationen, wie zum Beispiel in DOS 2340995, DAS 2557619, USP 3437694, USP 4007230 beziehungsweise USP 4228247 verwendete Gemische aus sterisch gehinderten Phenolen mit Aminderivaten beziehungsweise Mercaptoverbindungen angewendet, womit aber ebenfalls nur eine begrenzte Erhöhung der Wirksamkeit erreicht und die Fragen der Verträglichkeit, der komplexen Wirkung auf Vergilbung und Kernverfärbung nicht ausreichend geklärt werden.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein ökonomisches Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen gegen thermooxydative Einflüsse für den Einsatz als Rohstoffkomponente zur Herstellung hochwertiger Polyurethan-Weichschäume zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Stabilisierung von Polyetheralkoholen unter Verbesserung der Verträglichkeit und Löslichkeit der Stabilisatoren und unter Verstärkung der komplexen Stabilisierungswirkung beziehungsweise unter Erweiterung der Wirkungsbreite auf die Verhinderung von Kernverfärbungen und gleichzeitig von komplexen Vergilbungserscheinungen im Polyol und im Polyurethan zu entwickeln.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß eine Stabilisatorkombination verschiedener Diphenylaminderivate einzeln, als Gemisch untereinander oder gemeinsam mit ein oder mehreren Kostabilisatoren stufenweise zugesetzt wird, wobei 10% bis 80% der Gesamtmenge an zugesetzten Stabilisatoren ganz oder teilweise mit Alkylenoxid umgesetzt werden. Die Stabilisatorkombination aus unmodifizierten Diphenylaminderivaten, durch Umsetzung mit Alkylenoxid modifizierten Diphenylaminderivaten und einem oder mehreren Kostabilisatoren wird stufenweise zugesetzt, wobei 10% bis 80% der Gesamtmenge an zugesetzten Stabilisatoren zwecks vollständiger oder teilweiser Umsetzung mit vorhandenen Alkylenoxidrestmengen an reaktiven Stufen der Polyetheralkoholsynthese und -reinigung (mit vorhandenen Restmengen an Alkylenoxid) in unterschiedlicher Menge zugesetzt, intensiv vermischt und die Restmenge des Diphenylaminderivatzusatzes gegebenenfalls gemeinsam mit den Kostabilisatoren üblicherweise zugesetzt werden.

Die zu stabilisierenden Polyether werden durch übliche, basisch katalysierte Anlagerung von Alkylenoxid an H-funktionelle Startsubstanzen bei Temperaturen von 80°C bis 130°C hergestellt und durch Neutralisation mit Säuren, Vakuumdestillation zur Wasserentfernung und Filtration zur Salzentrfernung gereinigt. An reaktiven Stufen der Synthese gegen Ende der Alkylenoxidanlagerung, insbesondere mit dem letzten Monomerenwechsel, oder kurz vor beziehungsweise kurz nach der letzten Alkylenoxiddosierung beziehungsweise vor Ende der Nachreaktion, insbesondere am Beginn der Nachreaktion, wird der erste Teil des Stabilisatorzusatzes in einer Menge bis zu 40% der gesamten Stabilisatormenge zugesetzt. Weiterer Zusatz des ersten Stabilisatorteils ist an reaktiven Stufen der Polyetheralkoholreinigung, insbesondere mit dem Wasserzusatz, vor dem Säurezusatz und/oder vor der Vakuumdestillation, in einer Menge von 10% bis 80% der gesamten Stabilisatormenge möglich. Eine weitere erfindungsgemäße Ausführungsform ist die Herstellung der Umsetzungsprodukte außerhalb des Polyetheralkohol-Herstellungs- und Stabilisierungsprozesses durch Reaktion der Diphenylaminderivate mit Alkylenoxid und Einsatz zur Stabilisierung in einer Menge von 10% bis 80% von der Gesamtmenge an zugesetzten Stabilisatoren, wobei diese Zugabe mit der Stabilisatorzugabe an reaktiven Stufen der Polyetheralkoholsynthese und -reinigung gekoppelt werden kann. Die Restmenge des Diphenylaminderivatzusatzes von 20% bis 90% von der Gesamtmenge an zugesetzten Stabilisatoren kann allein oder gegebenenfalls gemeinsam mit ein oder mehreren Kostabilisatoren zum Fertigpolyether oder nach der Destillationsphase während der Polyetherreinigung zugesetzt werden.

Als Diphenylaminderivate werden insbesondere verschieden alkylierte Diphenylamine, wie 4,4'-Diocetyldiphenylamin, als Gemisch eingesetzt, und in einer Menge von insgesamt 100–5000 ppm angewendet.

Als Kostabilisatoren werden sterisch gehinderte Phenole, wie 2,6-Di-tert.butyl-p-kresol, und/oder organische Phosphite, wie Triphenylphosphit und Tris-(Nonylphenyl)-phosphit, und/oder Thioverbindungen, wie Phenothiazin, eingesetzt.

Die Wirkung der Stabilisierung hinsichtlich thermooxydativer Beständigkeit und Vergilbungsneigung des Polyethers sowie der daraus hergestellten Polyurethan-Weichschäume wird mittels Differentialthermoanalyse beziehungsweise Xeno-Test bewertet. Zur Ermittlung der thermooxydativen Beständigkeit wird der zunächst instabilisierte Polyether mit der beabsichtigten Stabilisatorkombination und -menge versetzt und nach vollständiger Auflösung des Zusatzes der Messung mit einem DT-Analyser unterzogen. Bei einer festgelegten Aufheizgeschwindigkeit wird ab einer bestimmten Temperatur, die grafisch ermittelt wird, ein exothermischer Effekt beobachtet. Diese Temperatur ist ein Maß für die Thermostabilität des Produktes und soll

möglichst oberhalb 190°C liegen. Die Messung der Vergilbungsneigung erfolgt an einer Teilmenge des oben beschriebenen Polyethermusters nach 15stündiger Belichtung und anschließender Extinktionsmessung mit einem Spektalkolorimeter bei 400 nm. Die Extinktion soll bei $\leq 0,5$ liegen. Zur Untersuchung der Thermostabilität und Vergilbungsneigung des Schaumes werden aus den stabilisierten Polyethern nach einer Testrezeptur Schaumblöcke von ca. 25 l hergestellt, aus denen Proben für die Differentialthermoanalyse beziehungsweise den Xeno-Test geschnitten werden. Bei der Vergilbungsneigung wird anstelle der Extinktion der Remissionsgrad gemessen.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat mehrere Vorteile. Die eingesetzte Stabilisatorkombination aus einem Teil unbehandelter Diphenylamininderivate, aus einem weiteren Teil alkoxylierter Diphenylamininderivate und gegebenenfalls Kostabilisatoren ist in allen für die Stabilisierung möglichen Mengenverhältnissen gegenseitig und zum Polyether verträglich, in allen Polyetheralkoholen direkt löslich, wobei der alkoxylierte Diphenylaminderivatteil eine lösevermittelnde Wirkung ausübt. Weiterhin kommt es überraschenderweise zu unerwarteten synergistischen Stabilisierungswirkungen. Einerseits erhöht sich die schon bekannte Stabilisierungswirkung der Diphenylamininderivate und andererseits wird die Stabilisierungswirkung wesentlich breiter.

Ausführungsbeispiel 1

In einem 2-l-Dreihalskolben, versehen mit Rührer, Rückflußkühler, Tropftrichter und Thermometer, wird 1 kg Polyetheralkohol, hergestellt aus Glycerol, Ethylenglykol, Propylenoxid und Ethylenoxid mit einem Molekulargewicht von 3500, wie folgt aufgearbeitet:

Zugabe von 5 ml 38%ige Salzsäure bei einer Temperatur von 85°C, nach einer Nachreaktionszeit von 60 min werden 500 mg Dioctyldiphenylamingemisch zugefügt und danach 10 ml Propylenoxid zugetropft. Nach einer Nachreaktionszeit von 45 min wird der Reinigungsvorgang in der üblichen Weise fortgeführt, indem das Wasser und die leichtflüchtigen Bestandteile durch Vakuumdestillation und die Salze durch Filtration entfernt werden. Danach erfolgt die Zugabe von 500 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1700 mg 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol. Der so stabilisierte Polyetheralkohol ist farblos und hat folgende Kennzahlen:

Hydroxylzahl: = 47,2 mg KOH/g
pH-Wert: = 7,1
Farbzahl: = 10 APHA
Jodzahl: = 1,12 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,1. Der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 2

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt und gereinigt wie in Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, wird während der Reinigungsoperation vor der Vakuumdestillation mit 80 mg Dioctyldiphenylamingemisch versetzt, 20 min bei 85°C gerührt, und danach wird der Polyetheralkohol im Vakuum destilliert und anschließend filtriert. Danach erfolgt die Zugabe von 20 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 2500 mg 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol. Der so erhaltene Polyetheralkohol ist farblos und hat folgende Kennzahlen:

Hydroxylzahl: = 46,8 mg KOH/g
pH-Wert: = 7,3
Farbzahl: = 15 APHA
Jodzahl: = 1,08 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,08, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 3

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt aus Glycerol, Ethylenglykol, Propylenoxid und Ethylenoxid wie im Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, wie nach der Nachreaktionsphase und vor der Reinigungsoperation mit 200 mg Dioctyldiphenylamingemisch versetzt und, wie in Beispiel 1 beschrieben, gereinigt. Dem Fertigpolyether werden 1800 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 500 mg 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol zugefügt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol hat folgende Kennzahlen:

Hydroxylzahl: = 47,9 mg KOH/g
pH-Wert: = 6,8
Farbzahl: = 10 APHA
Jodzahl: = 1,10 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,15, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 4

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt wie in Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, wird zu Beginn der Nachreaktionsphase mit 3000 mg Dioctyldiphenylamingemisch versetzt und, wie in Beispiel 1 erläutert, weiterverarbeitet. Der filtrierte Polyetheralkohol wird mit 2000 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1700 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol stabilisiert. Der so erhaltene Polyetheralkohol hat folgende Kennwerte:

Hydroxylzahl: = 48,2 mg KOH/g
 pH-Wert: = 7,1
 Farbzahl: = 15 APHA
 Jodzahl: = 1,15 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,06, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 5

Es werden 1 kg Polyetheralkohol hergestellt aus Glycerol, Ethylenglykol, Propylenoxid und Ethylenoxid, wobei Propylenoxid bis zum Molekulargewicht 900 angelagert und die Reaktion technologisch bedingt unterbrochen wird. Zu diesem Zeitpunkt werden dem Produkt bei 70°C 1200 mg Dioctyldiphenylamingemisch zugesetzt und danach die Synthese in üblicher Weise bis zum Molekulargewicht 4000 fortgeführt. Dem gereinigten Polyol werden 1800 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1500 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol zugefügt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol hat folgende Kennwerte:

Hydroxylzahl: = 43,4 mg KOH/g
 pH-Wert: = 7,0
 Farbzahl: = 10 APHA

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,07, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 6

Es wird 1 kg Polyetheralkohol hergestellt aus Glycerol, Ethylenglykol, Propylenoxid und Ethylenoxid bis zum VP 4000. Nach der Zugabe von 400 mg Dioctyldiphenylamingemisch zum VP 4000 erfolgt die weitere Umsetzung mit Ethylenoxid bis zum Molekulargewicht 6000. Die Reinigung des Rohpolyethers wird, wie im Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, durchgeführt. Das gereinigte Produkt wird mit 3600 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1700 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol versetzt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol hat folgende Kennzahlen:

Hydroxylzahl: = 28,7 mg KOH/g
 pH-Wert: = 7,2
 Farbzahl: = 10 APHA

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,07, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 7

Die Umsetzung von Dioctyldiphenylamingemisch mit Propylenoxid wird im Autoklaven nach den üblichen Bedingungen durchgeführt. Zu 1 kg Polyetheralkohol, analog Ausführungsbeispiel 1 hergestellt und gereinigt, werden 100 mg propoxyliertes Dioctyldiphenylamingemisch, 900 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1700 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol als Stabilisatoren zugesetzt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol ist farblos und zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,35. Der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 8

Zu 1 kg Polyetheralkohol, hergestellt und gereinigt analog Ausführungsbeispiel 1, werden 800 mg propoxyliertes Dioctyldiphenylamingemisch, 100 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1500 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol zugesetzt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol ist farblos und zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,06. Der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 9

Dioctyldiphenylamingemisch wird im Autoklaven mit Ethylenoxid nach den üblichen Bedingungen umgesetzt. Zu 1 kg Polyetheralkohol, analog Ausführungsbeispiel 1 hergestellt, werden 500 mg ethoxyliertes Dioctyldiphenylamingemisch, 500 mg Dioctyldiphenylamingemisch und 1800 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol zugesetzt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol ist farblos und zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,09. Der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 10

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt und gereinigt analog Ausführungsbeispiel 1, wird während der Reinigungsoperation vor der Vakuumdestillation mit 300 mg p,p'-Diisooctyldiphenylamin versetzt, 20 min bei 85°C gerührt, und danach wird der Polyetheralkohol im Vakuum destilliert und anschließend filtriert. Danach erfolgt die Zugabe von 600 mg p,p'-Diisooctyldiphenylamin und 1600 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol. Der so stabilisierte Polyetheralkohol ist farblos und zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,25. Der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 11

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt wie in Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, wird zu Beginn der Nachreaktionsphase mit 500 mg p-Isocetylphenylamin versetzt und, wie in Ausführungsbeispiel 1 erläutert, weiterverarbeitet. Der filtrierte Polyetheralkohol wird mit 500 mg p-Isocetylphenylamin und 1700 mg 2,6-Di-tert.-butyl-4-methylphenol stabilisiert.

Der so erhaltene Polyetheralkohol hat folgende Kennwerte:

Hydroxylzahl: = 49,1 mg KOH/g
pH-Wert: = 6,9
Farbzahl: = 10 APHA
Jodzahl: = 1,20 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,1, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.

Ausführungsbeispiel 12

1 kg Polyetheralkohol, hergestellt wie in Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, wird nach der Nachreaktionsphase und vor der Reinigungsoperation mit 400 mg unsubstituiertem Diphenylamin versetzt und, wie in Ausführungsbeispiel 1 beschrieben, gereinigt. Dem Fertigpolyether werden 800 mg unsubstituiertes Diphenylamin und 1800 mg 2,6-Di-tert.butyl-4-methylphenol zugefügt. Der so stabilisierte Polyetheralkohol hat folgende Kennzahlen:

Hydroxylzahl: = 46,8 mg KOH/g
pH-Wert: = 7,4
Farbzahl: = 12 APHA
Jodzahl: = 1,06 g J₂/100 g

Das Produkt zeigt nach Lichteinwirkung im Xeno-Test einen Extinktionswert = 0,35, und der aus diesem Polyetheralkohol hergestellte Schaum zeigt keine Kernverfärbung.