

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Januar 2010 (14.01.2010)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2010/003770 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B01J 19/18 (2006.01) **C08G 18/08** (2006.01)
C07C 263/18 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2009/057414

(22) Internationales Anmeldedatum:
16. Juni 2009 (16.06.2009)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
08104668.2 8. Juli 2008 (08.07.2008) EP

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **CONSTRUCTION RESEARCH & TECHNOLOGY GMBH** [DE/DE]; Dr.-Albert-Frank-Str. 32, 83308 Trostberg (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **KLAPDOHR, Simone** [DE/DE]; Heilig-Geist-Straße 54, 83022 Rosenheim (DE). **WALTHER, Burkhard** [DE/DE]; Trostberger Straße 5, 84518 Garching (DE). **MACK, Helmut** [DE/DE]; Am Holzberg 6, 83278 Traunstein (DE). **CAI, Zhizhong** [CN/DE]; Siegerhöhe 19, 83308 Trostberg (DE). **MARC, Laurent** [FR/FR]; 502, route de Fontaineroux, F-77850 Hericy (FR). **MEZGER, Jochen** [DE/DE]; Leiblstraße 2a, 84518 Garching an der Alz (DE). **AUSTERMANN, Tobias** [DE/DE]; Droste-Hüls-

hoff-Str. 7, 83024 Rosenheim (DE). **FLAKUS, Silke** [DE/DE]; Baldestr. 31c, 85560 Ebersberg (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)



WO 2010/003770 A1

(54) Title: METHOD FOR REMOVING NON-REACTED ISOCYANATE FROM ITS REACTION PRODUCT

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR ENTFERNUNG VON NICHT UMGESETZTEN ISOCYANAT AUS DESSEN UMSETZUNGSPRODUKT

(57) Abstract: The present invention relates to a method for removing isocyanate from a reaction product of isocyanate containing compounds which are reactive with respect to isocyanates, wherein the reaction product is applied on the surface of a rotating body A, the reaction product then flows over the surface of the rotating body A to an outer region of the surface of the rotating body A, whereby isocyanate, which was used for producing the reaction product and was not reacted, evaporates from the mixture.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Isocyanat aus einem Umsetzungsprodukt von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen, wobei das Umsetzungsprodukt auf die Oberfläche eines rotierenden Körpers A aufgetragen wird, das Umsetzungsprodukt über die Oberfläche des rotierenden Körpers A zu einem äußeren Bereich der Oberfläche des rotierenden Körpers A fließt und dabei Isocyanat, das zur Herstellung des Umsetzungsproduktes eingesetzt und nicht umgesetzt wurde, aus der Mischung verdampft.

Verfahren zur Entfernung von nicht umgesetzten Isocyanat aus dessen Umsetzungsprodukt

Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Isocyanat aus einem Umsetzungsprodukt von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen.

10

Isocyanate sind wertvolle Rohstoffe und werden beispielsweise für die Herstellung von Polyurethanen und Polyharnstoffen eingesetzt. Hierzu werden die Isocyanate mit Polyalkoholen bzw. Polyaminen umgesetzt. Die erhaltenen Produkte spielen beispielsweise in der industriellen Herstellung von Chemikalien, Klebstoffen, Kunststoffen und Farben eine wichtige Rolle. Bedingt durch die bei der Herstellung entstehende Molmassenverteilung enthalten die Umsetzungsprodukte jedoch häufig noch Mengen an nicht umgesetzten monomeren Isocyanaten oder niedermolekulare Umsetzungsprodukte, welche Isocyanatgruppen aufweisen. Diese können aus den Umsetzungsprodukten ausgasen und als reizende, sensibilisierende oder toxische Stoffe eine Gesundheitsbelastung für den Verarbeiter und Endkunden darstellen. Weiterhin können die im Produkt verbleibenden monomeren Isocyanate oder niedermolekularen Umsetzungsprodukte die Produkteigenschaften unvorteilhaft beeinflussen.

15

20

Eine bekannte Methode monomeres Diisocyanat und niedermolekulare Umsetzungsprodukte aus Reaktionsgemischen zu entfernen ist eine Destillation. So ist beispielsweise aus der EP 105242A2 bekannt, den verbleibenden Monomergehalt eines Umsetzungsproduktes von Isocyanat durch Destillation mit Hilfe eines Dünnschichtverdampfers zu reduzieren, wobei das Umsetzungsprodukt zunächst mit einem inerten Lösungsmittel verdünnt wird. Dies hat jedoch den Nachteil, dass zumindest ein Teil des inerten Lösungsmittels im Produkt verbleibt und bei den folgenden Anwendungen zu Problemen führen kann. Bei Produktwechseln ist außerdem eine aufwändige Reinigung der Apparatur notwendig. Weiterhin ist diese Methode nach dem Stand der Technik apparativ aufwändig und deshalb teuer.

25

30

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es deshalb, ein prozessual flexibles und wirtschaftliches Verfahren zur Entfernung von Isocyanat aus einem Umsetzungsprodukt von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen bereit zu stellen. Das Verfahren sollte in einfacher Weise durchführbar sein und eine gute und reproduzierbare Produktqualität gewährleisten. Weiterhin sollten auch hochviskose Umsetzungsprodukte ohne den Zusatz eines inerten Lösungsmittels aufgereinigt werden können.

35

40

Die Lösung dieser Aufgabe ist ein Verfahren zur Entfernung von Isocyanat aus einem Umsetzungsprodukt von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen, wobei man das Umsetzungsprodukt auf die Oberfläche eines rotierenden Körpers A aufträgt, wobei das Umsetzungsprodukt über die Oberfläche des rotierenden Körpers A zu einem äußeren Bereich der Oberfläche des rotierenden Körpers A fließt und dabei Isocyanat, das zur Herstellung des Umsetzungsproduktes eingesetzt und nicht umgesetzt wurde, aus der Mischung verdampft.

Der rotierende Körper A kann scheiben-, vasen-, ring- oder kegelförmig ausgeführt werden, wobei eine waagrechte oder eine von der Waagrechten um bis zu 45°C abweichende Drehscheibe als bevorzugt anzusehen ist. Normalerweise weist der Körper A einen Durchmesser von 0,10 m bis 3,0 m, bevorzugt 0,20 m bis 2,0 m und besonders bevorzugt von 0,20 m bis 1,0 m auf. Die Oberfläche kann glatt sein oder beispielsweise riffel- oder spiralförmige Einformungen aufweisen, welche Einfluss auf die Verweilzeit des Reaktionsgemischs ausüben. Zweckmäßigerweise ist der Körper A in einem bezüglich den Bedingungen des erfindungsgemäßen Verfahrens beständigen Container eingebaut.

Die Drehgeschwindigkeit des Körpers A sowie die Dosierungsrate des Umsetzungsproduktes sind variabel. Üblicherweise beträgt die Umdrehungsgeschwindigkeit in Umdrehungen pro Minute 1 bis 20000, bevorzugt 100 bis 5000 und besonders bevorzugt 500 bis 3000. Das Volumen des Umsetzungsproduktes, welches sich pro Flächeneinheit der heißen Oberfläche auf dem rotierenden Körper A befindet, beträgt typischerweise 0,03 bis 40 mL/dm², bevorzugt 0,1 bis 10 mL/dm², besonders bevorzugt 1,0 bis 5,0 mL/dm². Die mittlere Verweilzeit (Häufigkeitsmittel des Verweilzeitspektrums) der Mischung ist unter anderem von der Größe der Oberfläche, von der Art des Umsetzungsproduktes und dem enthaltenen Isocyanat, von der Temperatur der Oberfläche sowie von der Umdrehungsgeschwindigkeit des rotierenden Körpers A abhängig und beträgt normalerweise zwischen 0,01 und 60 Sekunden, besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 10 Sekunden, insbesondere 1 bis 7 Sekunden und ist somit als ausgesprochen kurz anzusehen. Dies gewährleistet, dass das Ausmaß von möglichen Zersetzungsreaktionen und die Bildung unerwünschter Produkte stark reduziert werden und somit die Qualität der Substrate erhalten bleibt.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die Entfernung des Isocyanates mittels einer Apparatur durchgeführt, die

- α) einen um eine bevorzugt zentral angeordnete Rotationsachse rotierenden Körper A und
- β) ein Dosierungssystem,

aufweist.

In einer weiteren Ausführungsform kann die Apparatur eine Quenscheinrichtung aufweisen. Die Quenscheinrichtung liegt bevorzugt als mindestens eine die Drehscheibe umgebende Kühlwand vor, auf die das Umsetzungsprodukt nach Verlassen der Oberfläche trifft. In dieser Ausführungsform gewährleistet das erfindungsgemäße Verfahren, dass das Umsetzungsprodukt, aus welchem das Isocyanat entfernt werden soll, durch den Körper A in sehr kurzer Zeit stark erwärmt werden kann, wobei durch das nachfolgende Quenschen thermisch bedingte, unerwünschte Nebenreaktionen verhindert werden. Die abrupte Abkühlung mittels der Quenscheinrichtung erfolgt innerhalb von maximal fünf Sekunden, bevorzugt innerhalb von nur einer Sekunde.

Zu einer effektiven Entfernung des Isocyanates kann es auch zweckmäßig sein, das Umsetzungsprodukt mehrfach über die Oberfläche des rotierenden Körpers A zu leiten. In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung erstreckt sich die Oberfläche auf weitere rotierende Körper, so dass das Umsetzungsprodukt von der Oberfläche des rotierenden Körpers A auf die Oberfläche mindestens eines weiteren rotierenden Körpers gelangt. Die weiteren rotierenden Körper sind zweckmäßigerweise entsprechend dem Körper A beschaffen. Typischerweise füttert dann Körper A die weiteren Körper mit dem Umsetzungsprodukt. Das Umsetzungsprodukt verlässt diesen mindestens einen weiteren Körper, und kann dann bei Bedarf abrupt mittels der Quenscheinrichtung abgekühlt werden.

Es ist als bevorzugt anzusehen, dass das Umsetzungsprodukt auf der Oberfläche des rotierenden Körpers A in Form eines Films vorliegt, der eine durchschnittliche Dicke zwischen 0,1 μm und 6,0 mm, bevorzugt zwischen 60 und 1000 μm , besonders bevorzugt zwischen 100 und 500 μm aufweist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann bei Normaldruck oder leichtem Überdruck und auch in einer Atmosphäre von trockenem Schutzgas durchgeführt werden. Es kann aber auch zweckmäßig sein, ein Vakuum zu erzeugen, wobei sich insgesamt Drücke zwischen 0,001 mbar und 1100 mbar, besonders bevorzugt zwischen 0,01 mbar und 40 mbar, insbesondere zwischen 0,02 mbar und 20 mbar als vorteilhaft erwiesen haben. Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sieht weiterhin vor, dass das verdampfte Isocyanat mit einem Gas oder trockener Luft, insbesondere Inertgas ausgetrieben wird. Es ist weiterhin als bevorzugt anzusehen, dass gleichzeitig ein Vakuum angelegt wird und das verdampfte Isocyanat mit einem Gas oder trockener Luft, insbesondere Inertgas ausgetrieben wird.

Die Temperatur des rotierenden Körpers A, insbesondere der der Mischung zugewandten Oberfläche, kann in weiten Bereichen variiert werden und hängt sowohl von den eingesetzten Umsetzungsprodukten, dem Isocyanat, der Verweilzeit auf dem Körper A als auch vom Druck ab. Es haben sich Temperaturen zwischen 70 und 300 °C, beson-

ders bevorzugt zwischen 25 und 270 °C, insbesondere zwischen 150 und 250 °C als zweckmäßig erwiesen. Der rotierende Körper A und/oder das Umsetzungsprodukt kann beispielsweise elektrisch, mit einer Wärmeträgerflüssigkeit, mit Dampf, mit einem Laser, mit Mikrowellenstrahlung oder mittels Infrarotstrahlung beheizt werden.

5

Es hat sich weiterhin als zweckmäßig erwiesen, das verdampfte Isocyanat an einem Körper mit einer Temperatur zwischen -196 °C und 120 °C, besonders bevorzugt zwischen -78 und 20 °C, insbesondere zwischen -78 und 0 °C zu kondensieren. In diesem Zusammenhang sieht eine bevorzugte Ausführungsform vor, dass der rotierende Körper A von mindestens einer Oberfläche umgeben ist, an welcher Isocyanat kondensieren kann, wobei es bevorzugt ist, dass die Oberfläche eine Neigung aufweist, so dass das kondensierte Isocyanat durch Gravitation entlang der Oberfläche von dem rotierenden Körper A weggeführt wird.

10

15 Es kann aber auch zweckmäßig sein, die den Körper A umgebenden Oberflächen zu beheizen, um eine Kondensation von Isocyanat zu verhindern. Das verdampfte Isocyanat kann in dieser Ausführungsform durch ein Vakuum oder einen Inertgasstrom abgeführt werden.

20 Der Isocyanat-Gehalt der eingesetzten Umsetzungsprodukte ist nicht kritisch. Insbesondere eignet sich das erfindungsgemäße Verfahren, wenn der Isocyanat-Gehalt der eingesetzten Umsetzungsprodukte direkt vor dem Auftragen auf die Oberfläche des rotierenden Körpers A zwischen 0,01 und 95 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 0,1 und 75 Gew.-%, insbesondere zwischen 0,2 und 67 Gew.-% beträgt, bezogen auf
25 das Gesamtgewicht des Umsetzungsproduktes. Es ist hierbei als bevorzugt anzusehen, dass der Isocyanat-Gehalt in der Mischung nach dem Entfernen des Isocyanates durch Verdampfen auf der Oberfläche des rotierenden Körpers A zwischen 0,001 und 10 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen 0,02 und 5 Gew.-%, insbesondere zwischen 0,05 und 2 Gew.-% beträgt, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umsetzungs-
30 produktes.

Bei Isocyanat handelt es sich bevorzugt um eine aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische und/oder aromatische Verbindung, bevorzugt um ein Diisocyanat oder Triisocyanat, wobei es sich auch um Mischungen dieser Verbindungen handeln kann.

35 Hierbei ist es als bevorzugt anzusehen, dass das Umsetzungsprodukt auf der Umsetzung von Hexamethylendiisocyanat-1,6 (HDI), 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI), 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat (TDI) und/oder 4,4' -, 2,4' - und/oder 2,2' -Diphenylmethandiisocyanat (MDI), m-Xylendiisocyanat (MXDI), m- oder p-Tetramethylxylendiisocyanat (m-TMXDI, p-TMXDI), 4,4'-Dicyclohexylmethandiisocyanat (H12MDI), Naphthalin-1,5-Diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, hydriertes Xylylen-diisocyanat (H6XDI), 1-Methyl-2,4-diisocyanato-cyclohexan, Tetramethoxybutan-1,4-diisocyanat, Butan-1,4-diisocyanat,

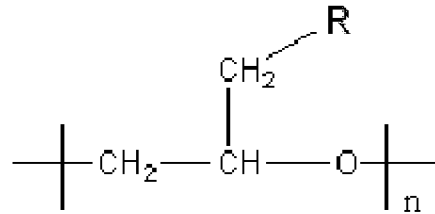
40

1,6-Diisocyanato-2,2,4-trimethylhexan, 1,6-Diisocyanato-2,4,4-trimethylhexan, 1-Isocyanato-1-methyl-4(3)-isocyanatomethylcyclohexan (IMCI) sowie 1,12-Dodecandiisocyanat (C12DI) mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen basiert.

5

Die vorliegende Erfindung sieht vor, dass bevorzugt Hexamethylendiisocyanat-1,6 (HDI), 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI), 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat (TDI) und/oder 4,4' - , 2,4' - und/oder 2,2' - Diphenylmethandiisocyanat (MDI), m-Xylendiisocyanat (MXDI), m- oder p-
10 Tetramethylxylendiisocyanat (m-TMXDI, p-TMXDI), 4,4'-Dicyclohexylmethandiisocyanat (H12MDI), Naphthalin-1,5-Diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, hydriertes Xylylen-diisocyanat (H6XDI), 1-Methyl-2,4-diisocyanato-cyclohexan, Tetramethoxybutan-1,4-diisocyanat, Butan-1,4-diisocyanat, 1,6-Diisocyanato-2,2,4-trimethylhexan, 1,6-Diisocyanato-2,4,4-trimethylhexan, 1-
15 Isocyanato-1-methyl-4(3)-isocyanatomethylcyclohexan (IMCI) sowie 1,12-Dodecandiisocyanat (C12DI) aus dem Umsetzungsprodukt entfernt wird.

Bei den gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen handelt es sich bevorzugt um Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen aufweisende Verbindungen. Besonders be-
20 vorzugt sind Polyetherpolyole, Polyesterpolyole, Polybutadienepolyole und Polycarbonatpolyole. Die Polyole und/oder Polyamine enthalten bevorzugt zwischen zwei und 10, besonders bevorzugt zwischen zwei und drei Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen und besitzen ein gewichtsmittleres Molekulargewicht zwischen 32 und 20000, besonders bevorzugt zwischen 90 und 18000 g/mol. Als Polyole eignen sich
25 vorzugsweise die bei Raumtemperatur flüssigen, glasartig fest/amorphen oder kristallinen Polyhydroxyverbindungen. Als typische Beispiele wären difunktionelle Polypropylenglykole zu nennen. Es können auch Hydroxylgruppen aufweisende statistische Copolymere und/oder Blockcopolymere des Ethylenoxids und Propylenoxids eingesetzt werden. Geeignete Polyetherpolyole sind die in der Polyurethanchemie an sich be-
30 kannten Polyether, wie die unter Verwendung von Startermolekülen hergestellten Polyole aus Styroloxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Tetrahydrofuran oder Epichlorhydrin. Konkret eignen sich insbesondere auch Poly(oxytetramethylen)glykol (Poly-THF), 1,2-Polybutylenglykol, oder deren Mischungen. Insbesondere geeignet sind Polypropylenoxid und Polyethylenoxid und deren Mischungen. Ein weiterer als Polyolkomponente
35 einsetzbarer Copolymerotyp, der endständig Hydroxylgruppen aufweist, ist gemäß der allgemeinen Formel (herstellbar z.B. mittels " Controlled" High-Speed Anionic Polymerization gemäß Macromolecules 2004, 37, 4038-4043):



in welcher R gleich oder verschieden ist und bevorzugt durch OMe, OiPr, Cl oder Br repräsentiert wird.

- 5 Weiterhin eignen sich als Polyolkomponente die bei 25°C flüssigen, glasartig amorphen oder kristallinen Polyesterdi- bzw. polyole, die durch Kondensation von Di- oder Tricarbonsäuren, wie Adipinsäure, Sebacinsäure, Glutarsäure, Azelainsäure, Korksäure, Undecandisäure, Dodecandisäure, 3,3-Dimethylglutarsäure, Terephthalsäure, Isophthalsäure, Hexahydrophthalsäure und/oder Dimerfettsäure, mit niedermolekularen
- 10 Diolen bzw. Triolen, wie Ethylenglykol, Propylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, Dipropylenglykol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, 1,8-Octandiol, 1,10-Decandiol, 1,12-dodecandiol, Dimerfettalkohol, Glycerin und/ oder Trimethylolpropan, herstellbar sind.
- 15 Eine weitere geeignete Gruppe der Polyole sind die Polyester z.B. auf der Basis von Caprolacton, welche auch als "Polycaprolactone" bezeichnet werden. Weitere einsetzbare Polyole sind Polycarbonat-Polyole und Dimerdiole sowie Polyole auf Basis pflanzlicher Öle und ihrer Derivate, wie Rizinusöl und dessen Derivate, oder epoxidiertes Sojabohnenöl. Außerdem kommen Hydroxylgruppen aufweisende Polycarbonate in
- 20 Frage, welche durch Reaktion von Kohlensäurederivaten, z. B. Diphenylcarbonat, Dimethylcarbonat oder Phosgen, mit Diolen erhältlich sind. Konkret eignen sich Ethylenglykol, 1,2- und 1,3-Propandiol, 1,3- und 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, 1,8-Octandiol, Neopentylglykol, 1,4-Bishydroxymethylcyclohexan, 2-Methyl-1,3-propandiol, 2,2,4-Trimethylpentandiol-1,3, Dipropylenglykol, Polypropylenglykole, Dibutylenglykol, Polybutylenglykole, Bisphenol A, Tetrabrombisphenol A, Glycerin, Trimethylolpropan, Hexantriol-1,2,6, Butantriol-1,2,4, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Chinit, Mannit, Sorbit, Methylglykosid und 1,3,4,6-Dianhydrohexite. Auch die Hydroxy-funktionellen Polybutadiene, welche u.a. unter dem Handelsnamen „ Poly-bd®“ käuflich sind, können als
- 25 Polyole ebenso wie deren hydrierten Analoga eingesetzt werden. Weiterhin kommen
- 30 Hydroxy-funktionelle Polysulfide, welche z. B. unter dem Handelsnamen „ Thiokol® NPS-282“ vertrieben werden, sowie Hydroxy-funktionelle Polysiloxane in Frage.

Als erfindungsgemäß einsetzbare Polyamine eignen sich insbesondere Hydrazin, Hydrazinhydrat und substituierte Hydrazine, wie N-Methylhydrazin, N,N'-

- 35 Dimethylhydrazin, Säuredihydrazide, Adipinsäure, Methyladipinsäure, Sebacinsäure, Hydracrylsäure, Terephthalsäure, Semicarbazidoalkylen-hydrazide, wie 13-

Semicarbazidopropionsäurehydrazid, Semicarbazidoalkylen-carbazinester, wie z. B. 2-Semicarbazidoethyl-carbazinester und/ oder Aminosemicarbazid-Verbindungen, wie 13-Aminoethylsemicarbazidocarbonat.

- 5 Polyamine, z.B. solche, die unter dem Handelsnamen Jeffamine® (es handelt sich um Polyetherpolyamine) vertrieben werden, sind auch geeignet.

Als Polyole und/oder Polyamine kommen auch die als sogenannte Kettenverlänger bekannten Spezies in Frage, welche bei der Herstellung von Polyurethanen und Polyharnstoffen mit überschüssigen Isocyanatgruppen reagieren, normalerweise ein Molekulargewicht von unter 400 aufweisen und häufig in Form von Polyolen, Aminopolyolen oder aliphatischen, cycloaliphatischen oder araliphatischen Polyaminen vorliegen.

Geeignete Kettenverlängerer sind beispielsweise:

- 15 • Alkandiole, wie Ethandiol, 1,2- und 1,3-Propandiol, 1,4- und 2,3-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 1,3-Dimethylpropandiol, 1,6-Hexandiol, Neopentylglykol, Cyclohexandimethanol, 2-Methyl-1,3-propandiol,
- Etherdiole, wie Diethylendiglykol, Triethylenglykol oder Hydrochinondihydroxyethylether
- 20 • Hydroxybutylhydroxycapronsäureester, Hydroxyhexylhydroxybuttersäureester, Adipinsäurehydroxyethylester und Terephthalsäurebishydroxyethylester und
- Polyamine, wie Ethylendiamin, 1,2- und 1,3-Diaminopropan, 1,4-Diaminobutan, 1,6-Diaminohexan, Isomergemisch von 2,2,4- und 2,4,4-Trimethylhexamethyldiamin, 2-Methyl-pentamethyldiamin, Diethylentriamin, 1,3- sowie
- 25 1,4-Xylyldiamin und 4,4- Diaminodicyclohexylmethan

Schließlich soll erwähnt sein, dass die Polyole und/oder Polyamine Doppelbindungen enthalten können, welche z.B. aus langkettigen, aliphatischen Carbonsäuren oder Fettalkoholen resultieren können. Eine Funktionalisierung mit olefinischen Doppelbindungen ist z. B. auch durch den Einbau vinyli-scher oder allyli-scher Gruppen möglich. Diese können beispielsweise von ungesättigten Säuren wie Maleinsäureanhydrid, Acrylsäure oder Methacrylsäure sowie deren jeweiligen Estern stammen.

Als besonders bevorzugt im Sinne der Erfindung sind Umsetzungsprodukt welche auf

35 Polypropylendiol, Polypropylentriol, Polypropylenpolyol, Polyethylendiol, Polyethylentriol, Polyethylenpolyol, Polypropylendiamin, Polypropylentriamin, Polypropylenpolyamin, Poly-THF-diamin, Polybutandiendiol, Polyesterdiol, Polyestertriol, Polyesterpolyol, Polyesteretherdiol, Polyesterethertriol, Polyesteretherpolyol, besonders bevorzugt Polypropylendiol, Polypropylentriol, Poly-THF-diol, Polyhexandiolcarbamtdiol, Polycaprolactamdiol, Polycaprolactamtriol und Wasser als gegenüber Isocyanaten reaktive Verbindungen

40

5 dung basieren. Weiterhin kann es sich auch um Mischungen der genannten Verbindungen handeln.

5 Es hat sich in diesem Zusammenhang als besonders überraschend erwiesen, dass das erfindungsgemäße Verfahren sich in hervorragender Weise auch für die Entfernung von Isocyanat aus hochviskosen Flüssigkeiten eignet, wobei auch kleinste Mengen an Isocyanat effektiv entfernt werden können. Neben der Viskosität spielen auch die chemischen Eigenschaften der eingesetzten Umsetzungsprodukte eine wichtige Rolle. Das Verfahren gemäß vorliegender Erfindung liefert sowohl für Polyurethane als
10 auch Polyharnstoffe sowie für oligomere Isocyanatgemische hervorragende Ergebnisse. Weiterhin ist das erfindungsgemäße Verfahren mit geringem apparativem Aufwand durchführbar, wobei relativ hohe Stoffdurchsätze möglich sind. Somit liefert das beanspruchte Verfahren auch für die großtechnische Aufreinigung von Umsetzungsprodukten des Isocyanates eine sehr kostengünstige Alternative zu den bereits bekannten
15 Verfahren.

 Eine besondere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sieht vor, dass man ein Umsetzungsprodukt einsetzt, welches hergestellt wurde durch Umsetzung von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen in einem Reaktor, welcher auf-
20 weist

- α) einen um eine bevorzugt zentral angeordnete Rotationsachse rotierenden heißen Körper B,
- β) ein Dosierungssystem und
- 25 γ) eine Quenscheinrichtung,

wobei

- 30 a) das Isocyanat und die gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen einzeln und/oder als Mischung, gegebenenfalls mit weiteren Komponenten, mit Hilfe des Dosierungssystems auf die Oberfläche des rotierenden Körpers B aufgetragen werden, so dass ein Film enthaltend gegenüber Isocyanaten reaktive Verbindungen und Isocyanat über die Oberfläche des rotierenden Körpers B zu einem äußeren Bereich der heißen Oberfläche des rotierenden Körpers B fließt,
35 b) der Film die Oberfläche als Polyurethan und/oder Polyharnstoff enthaltendes Umsetzungsprodukt verlässt und
- 40 c) die Reaktionskomposition mittels der Quenscheinrichtung nach Verlassen der heißen Oberfläche abrupt abgekühlt wird,

die Temperatur der Oberfläche des rotierenden Körpers B zwischen 70 bis 300 °C, besonders bevorzugt zwischen 160 und 250 °C beträgt und die mittels der Quenscheinrichtung erfolgte abrupte Abkühlung der Reaktionskomposition mindestens 30 °C beträgt.

5

Die Quenscheinrichtung liegt im Allgemeinen bevorzugt in Form einer oder mehrerer Kühlwände vor, welche die abrupte Abkühlung des Reaktionsgemischs ermöglicht. Die Kühlwände, welche häufig zylinder- oder kegelförmig sind, weisen entweder eine glatte oder eine raue Oberfläche auf, deren Temperatur typischerweise zwischen -50 °C und 10 200 °C liegt. Die mittels der Quenscheinrichtung erfolgte abrupte Abkühlung der Reaktionskomposition beträgt bevorzugt mindestens 50 °C, bevorzugt mindestens 100 °C.

Der heiße rotierende Körper B ist hierbei zweckmäßigerweise entsprechend dem Körper A beschaffen. Insbesondere ist es hierbei von Vorteil, dass sowohl die Herstellung 15 des Umsetzungsproduktes von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen als auch die Entfernung des Isocyanates aus dem Umsetzungsprodukt mit der gleichen Apparatur durchgeführt werden kann.

Das molare Verhältnis der Isocyanatgruppen der eingesetzten Isocyanatkomponente 20 zu der Summe der Aminogruppen und/oder Hydroxylgruppen der eingesetzten Polyole und/oder Polyamine liegt bevorzugt zwischen 0,1 und 20, besonders bevorzugt zwischen 1,3 und 10, insbesondere zwischen 1,8 und 5.

Vorteilhaft wird in dem erfindungsgemäßen Verfahren ein für die Herstellung von Polyurethanen oder Polyharnstoffen geeigneter Katalysator als Komponente der Ausgangsreaktionsmischung eingesetzt. Als Katalysatoren geeignet sind die an sich bekannten, 25 üblichen Katalysatoren der Polyurethanchemie, wie Säuren, z. B. para-Toluolsulfonsäure oder tert. Amine, wie z. B. Triethylamin, Triethylendiamin (DABCO) oder solche welche Atome, wie z.B. Sn, Mn, Fe, Co, Cd, Ni, Cu, Zn, Zr, Ti, Hf, Al, Th, 30 Ce, Bi, Hg, N, P, aufweisen. Das molare Verhältnis Katalysator / Isocyanat ist abhängig vom Typ des Isocyanates und der Art des Katalysators und liegt normalerweise zwischen von 0 bis 0,1, bevorzugt 0 bis 0,03.

Die Temperatur des heißen Körpers B und die Kontaktzeit auf diesem Körper wird 35 bevorzugt so eingestellt, dass zwischen 5 und 99,99 Gew.-% der maximal mit der eingesetzten Menge an Polyol und gegebenenfalls Amin umsetzbaren Isocyanatgruppen, bevorzugt mit Hydroxyl- und gegebenenfalls Amingruppen des Polyols und gegebenenfalls Amins reagiert haben.

40

Beispiele

Nachfolgende Beispiele wurden auf einem rotierenden Körper A durchgeführt, der als eine glatte Scheibe (bestehend aus Kupfer mit verchromter Oberfläche) mit einem Durchmesser von 20 cm vorlag, welche beheizt wurde, und sich auf einer vertikalen Achse befand. Ähnliche Reaktoren werden auch in den Dokumenten WO00/48728, WO00/48729, WO00/48730, WO00/48731 und WO00/48732 näher beschrieben. Die Scheibe war von einem metallischen Gehäuse umgeben, an dem ein Vakuum angelegt werden kann. Das Produkt wurde in einem angeschraubten, geschlossenen Gefäß aufgefangen.

Beispiel 1: Herstellung eines Polyurethan-Präpolymers mit 5-fachem Überschuss an Isophorondiisocyanat

15

PPG 2000 (Arcol® PPG-2000, Fa Bayer) wurde mit 233,4 g Isophorondiisocyanat (IPDI) (NCO/OH-Verhältnis 6 : 1) vermischt und bei 50°C mit 60 mg Dibutylzinnlaurat (DBTL) versetzt. Nach 3 h betrug der NCO-Gehalt, der nach Probenentnahme in dem Gemisch gemessen wurde, nur noch 12,6 Gew.-%. Das klare, farblose Produkt wurde abgekühlt und für Beispiel 2 verwendet. Der IPDI-Gehalt wurde mittels GC bestimmt und betrug 26,7 Gew.-%.

Beispiel 2: Entfernung von Isocyanatverbindungen aus einem Polyurethan-Präpolymer (Beispiel 1) im Vakuum

Ein Polyurethan-Präpolymer (Beispiel 1) mit einem Rest-Monomergehalt an IPDI von 26,7 Gew.-% und einer Viskosität von 1040 mPa s (23°C, nach Brookfield) sowie einem Anfangs-NCO-Gehalt von 12,6 Gew.-% wird auf die Mitte der Oberfläche einer 200°C heißen, rotierenden Scheibe aufgetragen. Die Scheibe rotiert mit 2000 U/min. Bei ca. 8 mbar wird das Präpolymer mit einer Zahnradschleuse mit 1 ml/s auf die Scheibe dosiert und fließt aufgrund der Zentrifugalkräfte als Film nach außen. Das Präpolymer fließt nach Verlassen der Scheibe an der senkrecht dazu stehenden Gehäusewand herunter und wird gesammelt. Es verlässt das System mit ca. 90°C. Der NCO-Gehalt des gesammelten Präpolymers beträgt nur noch 9,8 Gew.-%. Der Monomergehalt (IPDI) beträgt 19,5 Gew.-%. Die Molekulargewichtsverteilung der Polymeranteile (ermittelt durch GPC) bleibt unverändert.

35

Beispiel 3: Entfernung von Isocyanatverbindungen aus einem käuflichen Polyurethan-Präpolymer im Vakuum

- 5 Ein Polyurethan-Präpolymer (Conipur M 865 Z, basierend auf Isophorondiisocyanat (IPDI)) mit einer Viskosität von ca. 5450 mPa s, einem NCO-Gehalt von 3,9 Gew.-% und einem Monomergehalt (IPDI) von 2,6 Gew.-% wird auf die Mitte der Oberfläche eines 200°C heißen rotierenden Körpers A aufgetragen. Die Scheibe rotiert mit 2000 U/min. Bei ca. 4 mbar wird das Präpolymer mit einer Zahnradpumpe mit 1 ml / s auf die
- 10 Scheibe dosiert und fließt aufgrund der Zentrifugalkräfte als Film nach außen. Das Präpolymer fließt nach Verlassen der Scheibe an der senkrecht dazu stehenden Gehäusewand herunter und wird gesammelt. Es verlässt das System mit ca. 90°C. Der NCO-Gehalt des gesammelten Präpolymers beträgt nur noch 3,5 Gew.-%. Der Monomergehalt (IPDI) beträgt nun nur noch 1,7 Gew.-%.

15

Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Isocyanat aus einem Umsetzungsprodukt von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass man das Umsetzungsprodukt auf die Oberfläche eines rotierenden Körpers A aufträgt, wobei das Umsetzungsprodukt über die Oberfläche des rotierenden Körpers A zu einem äußeren Bereich der Oberfläche des rotierenden Körpers A fließt und dabei Isocyanat, das zur Herstellung des Umsetzungsproduktes eingesetzt und nicht umgesetzt wurde, aus der Mischung verdampft.
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der rotierende Körper A als eine Drehscheibe vorliegt, auf dessen Oberfläche das Umsetzungsprodukt aufgetragen wird.
10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Entfernung des Isocyanates mittels einer Apparatur durchführt, die
α) einen um eine Rotationsachse rotierenden Körper A und
β) ein Dosierungssystem,
15
20 aufweist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Umsetzungsprodukt auf der Oberfläche eines rotierenden Körpers A in Form eines Films vorliegt, der eine durchschnittliche Dicke zwischen 0,1 µm bis 6,0 mm aufweist.
25
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die durchschnittliche Verweilzeit der Inhaltsstoffe des Umsetzungsproduktes auf der Oberfläche des rotierenden Körpers zwischen 0,01 und 60 Sekunden beträgt.
30
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des rotierenden Körpers zwischen 70 und 300 °C beträgt.
35
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck, bei dem das Isocyanat entfernt wird, zwischen 0,001 mbar und 1100 mbar beträgt.
- 40 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man das verdampfte Isocyanat an einem Körper mit einer Temperatur zwischen -196 °C und 120 °C kondensiert.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass
5 direkt vor dem Auftragen des Substrats auf die Oberfläche des rotierenden Körpers A der Gehalt an Isocyanat zwischen 0,01 und 95 Gew.-% beträgt, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umsetzungsproduktes.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass
10 der Gehalt an Isocyanat in dem Umsetzungsprodukt nach dem Verdampfen des Isocyanates auf der Oberfläche eines rotierenden Körpers A zwischen 0,001 und 10 Gew.-% beträgt, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umsetzungsproduktes.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass
15 das Umsetzungsprodukt basiert auf der Umsetzung von Hexamethyldiisocyanat-1,6 (HDI), 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI), 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat (TDI) und/oder 4,4' - , 2,4' - und/oder 2,2' -Diphenylmethandiisocyanat (MDI), m-Xylendiisocyanat (MXDI), m- oder p-Tetramethylxylendiisocyanat (m-TMXDI, p-TMXDI), 4,4'-
20 Dicyclohexylmethandiisocyanat (H12MDI), Naphthalin-1,5-Diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, hydriertes Xylylen-diisocyanat (H6XDI), 1-Methyl-2,4-diisocyanato-cyclohexan, Tetramethoxybutan-1,4-diisocyanat, Butan-1,4-diisocyanat, 1,6-Diisocyanato-2,2,4-trimethylhexan, 1,6-Diisocyanato-2,4,4-trimethylhexan, 1-Isocyanato-1-methyl-4(3)-isocyanatomethylcyclohexan (IMCI) sowie 1,12-Dodecandiisocyanat (C12DI) mit gegenüber Isocyanaten reaktiven
25 Verbindungen.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass
30 man Hexamethyldiisocyanat-1,6 (HDI), 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan (IPDI), 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat (TDI) und/oder 4,4' - , 2,4' - und/oder 2,2' -Diphenylmethandiisocyanat (MDI), m-Xylendiisocyanat (MXDI), m- oder p-Tetramethylxylendiisocyanat (m-TMXDI, p-TMXDI), 4,4'-Dicyclohexylmethandiisocyanat (H12MDI), Naphthalin-1,5-Diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, hydriertes Xylylen-diisocyanat (H6XDI), 1-Methyl-2,4-diisocyanato-cyclohexan, Tetramethoxybutan-1,4-
35 diisocyanat, Butan-1,4-diisocyanat, 1,6-Diisocyanato-2,2,4-trimethylhexan, 1,6-Diisocyanato-2,4,4-trimethylhexan, 1-Isocyanato-1-methyl-4(3)-isocyanatomethylcyclohexan (IMCI) sowie 1,12-Dodecandiisocyanat (C12DI) aus dem Umsetzungsprodukt entfernt.
- 40 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Umsetzungsprodukt basiert auf Polypropylendiol, Polypropylentriol, Polypropylenpolyol, Polyethylendiol, Polyethylentriol, Polyethylenpolyol, Polypropy-

lendiamin, Polypropylentriamin, Polypropylenpolyamin, Poly-THF-diamin, Polybutadiendiol, Polyesterdiol, Polyestertriol, Polyesterpolyol, Polyesteretherdiol, Polyesterethertriol, Polyesteretherpolyol, Polypropylendiol, Polypropylentriol, Poly-THF-diol, Polyhexandiolcarbamtdiol, Polycaprolactamdiol, Polycaprolactamtriol und Wasser als gegenüber Isocyanaten reaktive Verbindungen.

5
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Umsetzungsprodukt einsetzt, welches hergestellt wurde durch Umsetzung von Isocyanat mit gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen in einem Reaktor, welcher aufweist

10
 α) einen um eine Rotationsachse rotierenden heißen Körper B,
 β) ein Dosierungssystem und
 γ) eine Quenscheinrichtung,

15
wobei

20
a) das Isocyanat und die gegenüber Isocyanaten reaktiven Verbindungen einzeln und/oder als Mischung, gegebenenfalls mit weiteren Komponenten, mit Hilfe des Dosierungssystems auf die Oberfläche des rotierenden Körpers B aufgetragen werden, so dass ein Film enthaltend gegenüber Isocyanaten reaktive Verbindungen und Isocyanat über die Oberfläche des rotierenden Körpers B zu einem äußeren Bereich der heißen Oberfläche des rotierenden Körpers B fließt,

25
b) der Film die Oberfläche als Polyurethan und/oder Polyharnstoff enthaltendes Umsetzungsprodukt verlässt und

30
c) die Reaktionskomposition mittels der Quenscheinrichtung nach Verlassen der heißen Oberfläche abrupt abgekühlt wird,

die Temperatur der Oberfläche des rotierenden Körpers B zwischen 70 und 300 °C beträgt und die mittels der Quenscheinrichtung erfolgte abrupte Abkühlung der Reaktionskomposition mindestens 30 °C beträgt.

35

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/057414

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B01J19/18 C07C263/18 C08G18/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01J C07C C08G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 2 416 500 A (PROTENSIVE LTD [GB]) 1 February 2006 (2006-02-01) figures 1-4 claim 1	1-14
A	US 2005/145474 A1 (LEMME CHARLES D [US] ET AL LEMME CHARLES DANIEL [US] ET AL) 7 July 2005 (2005-07-07) paragraphs [0012] - [0015] figures 1,2 claim 42	1-14
	----- -/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 August 2009

Date of mailing of the international search report

19/08/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Heidenhain, Frank

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/057414

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JACHUCK R J ET AL: "PROCESS INTENSIFICATION: THE OPPORTUNITY PRESENTED BY SPINNING DISC REACTOR TECHNOLOGY" 1 January 1997 (1997-01-01), INSTITUTION CHEMICAL ENGINEERS. SYMPOSIUM SERIES, XX, XX, PAGE(S) 417 - 424 , XP001247804 page 421 - page 422 -----	1-14
P,A	DE 10 2007 051274 A1 (CONSTR RES & TECH GMBH [DE]) 30 April 2009 (2009-04-30) paragraphs [0011] - [0014], [0031], [0048] claim 1 -----	1-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/057414

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2416500	A	01-02-2006	EP 1778394 A1 02-05-2007
			WO 2006008510 A1 26-01-2006
			US 2008038115 A1 14-02-2008

US 2005145474	A1	07-07-2005	NONE

DE 102007051274	A1	30-04-2009	NONE

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/057414

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. B01J19/18 C07C263/18 C08G18/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

B01J C07C C08G

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	GB 2 416 500 A (PROTENSIVE LTD [GB]) 1. Februar 2006 (2006-02-01) Abbildungen 1-4 Anspruch 1	1-14
A	US 2005/145474 A1 (LEMME CHARLES D [US] ET AL LEMME CHARLES DANIEL [US] ET AL) 7. Juli 2005 (2005-07-07) Absätze [0012] - [0015] Abbildungen 1,2 Anspruch 42	1-14
	----- -/--	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
11. August 2009	19/08/2009
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Heidenhain, Frank

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	JACHUCK R J ET AL: "PROCESS INTENSIFICATION: THE OPPORTUNITY PRESENTED BY SPINNING DISC REACTOR TECHNOLOGY" 1. Januar 1997 (1997-01-01), INSTITUTION CHEMICAL ENGINEERS. SYMPOSIUM SERIES, XX, XX, PAGE(S) 417 - 424 , XP001247804 Seite 421 - Seite 422 -----	1-14
P,A	DE 10 2007 051274 A1 (CONSTR RES & TECH GMBH [DE]) 30. April 2009 (2009-04-30) Absätze [0011] - [0014], [0031], [0048] Anspruch 1 -----	1-14

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/057414

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 2416500 A	01-02-2006	EP 1778394 A1 WO 2006008510 A1 US 2008038115 A1	02-05-2007 26-01-2006 14-02-2008
US 2005145474 A1	07-07-2005	KEINE	
DE 102007051274 A1	30-04-2009	KEINE	