



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104428344 B

(45)授权公告日 2016.11.02

(21)申请号 201380028753.7

(22)申请日 2013.04.25

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104428344 A

(43)申请公布日 2015.03.18

(30)优先权数据

12169832.8 2012.05.29 EP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2014.11.28

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2013/058599 2013.04.25

(87)PCT国际申请的公布数据

W02013/178410 EN 2013.12.05

(73)专利权人 亨茨曼国际有限公司

地址 美国犹他州

(72)发明人 R·登希坦 P·A·特莫舒伊泽恩

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 邹雪梅 徐厚才

(51)Int.Cl.

C08G 65/30(2006.01)

(56)对比文件

W0 01/88015 A1,2001.11.22,

W0 2004/000914 A1,2003.12.31,

W0 2010/145899 A1,2010.12.23,

EP 0982341 A2,2000.03.01,

审查员 李曦

权利要求书1页 说明书9页

(54)发明名称

生产聚醚多元醇的方法

(57)摘要

一种提供聚醚多元醇的方法,该方法包括步骤:提供粗聚醚多元醇混合物,其含有聚醚多元醇和碱催化剂;中和所述碱催化剂;在第一脱水步骤中,从中和的聚醚多元醇中除去至少部分水;再溶解至少一部分通过除去至少部分水得到的盐晶体;在第二脱水步骤中,从中和的聚醚多元醇混合物中除去至少部分水,由此提供盐晶体;从中和的聚醚多元醇中除去盐晶体,由此制备聚醚多元醇混合物。

1. 一种提供聚醚多元醇的方法,该方法包括如下步骤:
 - 提供粗聚醚多元醇混合物,该混合物含有聚醚多元醇和碱催化剂;
 - 将所述粗聚醚多元醇混合物与酸和水混合,从而中和所述碱催化剂并提供第一中和的聚醚多元醇混合物;
 - 在第一脱水步骤中,从所述第一中和的聚醚多元醇中除去至少部分水,由此提供水含量在0.00至5.00%w的范围并含有所述聚醚多元醇及所述碱催化剂和所述酸的盐的第一脱水中和的聚醚多元醇混合物,所述盐以盐晶体形式存在;
 - 通过加入水到所述第一脱水中和的聚醚多元醇混合物,再溶解至少一部分所述盐,由此提供第二中和的聚醚多元醇混合物;
 - 在第二脱水步骤中,从所述第二中和的聚醚多元醇混合物中除去至少部分水,由此提供第二脱水中和的聚醚多元醇混合物,该混合物包含所述聚醚多元醇及所述碱催化剂和所述酸的盐,所述盐以盐晶体形式存在;
 - 从所述第二脱水中和的聚醚多元醇中除去所述盐晶体,由此提供聚醚多元醇混合物。
2. 根据权利要求1的方法,其中所述聚醚多元醇混合物包含0.00至0.08w%的水,所述w%的表述基于聚醚多元醇混合物的总重量。
3. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中将所述酸以酸水溶液形式添加到粗聚醚多元醇中。
4. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中所述碱催化剂是氢氧化钾,氢氧化钠,氢氧化铯或它们的组合。
5. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中所述聚醚多元醇的环氧乙烷含量在5%至80%的范围内。
6. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中所述第一脱水中和的聚醚多元醇混合物中的水含量在0.01到3.00%w的范围。
7. 根据权利要求6的方法,其中所述第一脱水中和的聚醚多元醇混合物中的水含量在0.10到1.00%w的范围。
8. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中加入到第一脱水中和的聚醚多元醇混合物中的水的量为每100重量份粗聚醚多元醇中聚醚多元醇0.5到10重量份的范围。
9. 根据权利要求1至2任一项的方法,其中通过过滤获得盐晶体的除去。

生产聚醚多元醇的方法

[0001] 本发明涉及制备聚醚多元醇,更具体地涉及中和且除去生产聚醚多元醇所用的碱催化剂。

[0002] 制备聚醚多元醇,有时也称为聚(环氧烷)多元醇的方法,通常包括在碱催化剂,优选在强碱如氢氧化钾存在下,使具有多个活泼氢原子的起始化合物与一种或多种环氧烷反应。合适的起始化合物是a.o.多官能醇,其通常包括2至6个羟基基团。这类醇的实例是二醇,例如二甘醇,二丙二醇,甘油,二-和聚甘油,季戊四醇,三羟甲基丙烷,二乙醇胺,三乙醇胺,山梨糖醇,甘露糖醇等。使用的环氧烷通常是环氧乙烷,环氧丙烷,环氧丁烷或其两种或多种的混合物。

[0003] 在将环氧烷加入到起始原料后,得到粗的、基础聚醚多元醇,其需要碱催化剂进行中和。

[0004] 中和之后,还需要几个步骤来提供满足用于进一步使用的聚醚多元醇规格的聚醚多元醇。该聚醚多元醇可用作例如制备聚氨酯的原料,其中所述多元醇在一般情况下,与多异氰酸酯组分例如亚甲基二苯基二异氰酸酯(MDI)或甲苯二异氰酸酯(TDI)反应。

[0005] US4306943描述了一种制备聚醚多元醇的方法,其中通过向所述粗聚醚多元醇中加入无机酸中和该多元醇,该无机酸在25℃的解离常数为大于 10^{-3} ,并且具有基于粗多元醇的重量计0.01到0.3%wt所用无机酸金属盐的水合物,其用于促进通过中和由碱性催化剂形成的盐的结晶生长。水随后通过蒸馏除去,并且将反应混合物进行过滤。这个方法的缺点是必须通过一个单独的工艺步骤制备金属盐的水合物,且该添加增加了过滤残余物的量。

[0006] 这个和现有技术的其它方法的缺点是:引起盐结晶的中和提供了小晶体和/或具有相当大的颗粒尺寸变化的晶体。这使得例如通过过滤去除颗粒,变得困难。

[0007] 本发明的目的是提供一种聚醚多元醇的制备方法,其中根据粒度、粒度分布和/或加工时间,优化中和反应介质和除去碱催化剂(也称为碱性催化剂或碱性聚合催化剂),催化氧化烯(环氧化物)和起始多元醇或聚醚多元醇的醇基团之间的反应。

[0008] 根据本发明,提供一种提供聚醚多元醇的方法。该方法包括以下步骤:

[0009] • 提供粗聚醚多元醇混合物,其含有聚醚多元醇和碱催化剂;

[0010] • 将粗聚醚多元醇混合物与酸和水混合,从而中和所述碱催化剂并提供第一中和的聚醚多元醇混合物;

[0011] • 在第一脱水步骤中,从所述第一中和的聚醚多元醇中除去至少部分水,由此提供水含量为0.00到5.00%w的第一脱水中和的聚醚多元醇混合物,且该混合物含有所述聚醚多元醇及所述碱催化剂和所述酸的盐,所述盐以盐晶体形式存在;

[0012] • 通过将水加入到所述第一脱水中和的聚醚多元醇混合物中,再溶解至少一部分的盐,由此提供第二中和的聚醚多元醇混合物;

[0013] • 在第二脱水步骤中,从所述第二中和的聚醚多元醇混合物中除去至少部分水,由此提供第二脱水中和的聚醚多元醇混合物,该混合物包含所述聚醚多元醇及所述碱催化剂和所述酸的盐,所述盐以盐晶体形式存在;

[0014] • 从所述第二脱水中和的聚醚多元醇中除去所述盐晶体,由此提供聚醚多元醇混

合物。

[0015] 根据本发明的一些实施方案,聚醚多元醇混合物可以包含0.00至0.08w%的水,所述w%的表述基于聚醚多元醇混合物的总重量。

[0016] 在粗聚醚多元醇混合物与酸和水的混合步骤中,由此中和碱催化剂,并提供第一中和的聚醚多元醇混合物,水和酸可以单独添加,或是酸和水也可以酸的水溶液形式加入。任选只有部分所添加的水用来制备酸水溶液,而剩余的水原样加入。

[0017] 因此,根据本发明的一些实施方案,酸可以以酸的水溶液加入到粗聚醚多元醇。

[0018] 在聚醚多元醇的聚合过程中,用于催化环氧烷和醇基团之间反应的碱催化剂通常是强碱,如碱金属氢氧化物,如氢氧化钠,氢氧化钾或氢氧化铯或它们的混合物,而最优选使用氢氧化钾。通常催化剂的量在0.05至2w%的范围,例如在0.10到0.35w%的范围,最优选的量在0.13至0.29w%范围,基于在粗聚醚多元醇混合物中制备的聚醚多元醇的总重量的所述w%在聚合反应期间用于反应混合物中。

[0019] 因此,根据本发明的一些实施方案,碱催化剂是氢氧化钾,氢氧化钠,氢氧化铯或它们的组合。

[0020] 粗聚醚多元醇混合物通过催化聚合起始化合物与环氧烷(也称为环氧化物)制备。合适的起始化合物是a.o.多官能醇,其通常包括2至6个羟基基团。这类醇的实例是二醇,例如二甘醇,二丙二醇,甘油,二-和聚甘油,季戊四醇,三羟甲基丙烷,二乙醇胺,三乙醇胺,山梨糖醇,甘露糖醇,乙二醇,1,2-丙二醇,蔗糖,1,2,6-己三醇,或多胺如乙二胺和二氨基二苯甲烷(MDA),以及它们的任意组合。

[0021] 所用环氧烷通常是环氧乙烷(E0),环氧丙烷(P0),环氧丁烷(B0),或其两种或更多种的混合物。

[0022] 包含多于一种环氧烷的聚醚多元醇可以是所谓的嵌段聚醚,其包含至少两种不同的环氧烷,如通过使起始化合物与一种环氧烷组分反应得到。该加聚反应结束后,将中间体聚醚多元醇与其他环氧烷反应。可以重复这种顺序加入环氧烷嵌段。如此将不同环氧烷的嵌段添加到聚醚多元醇。

[0023] 包含多于一种环氧烷的聚醚多元醇可以是所谓的无规聚醚,其包含至少两种不同的环氧烷,例如通过使起始化合物与至少两种不同的环氧烷组分的组合反应而得到。该加聚反应终止后,不同的环氧烷在聚醚链序列中无规分布。

[0024] 还理解为只有一种环氧烷的嵌段和无规布置的环氧烷嵌段的组合可以提供至聚醚多元醇。

[0025] 虽然可以使用E0含量最高达100%的多元醇,但是最优选的是所述聚醚多元醇包含少于80%的E0,5%至80%的E0含量,并且最优选5%至35%范围的E0含量,例如在10到30%的范围内。E0含量是E0-单体在多元醇中的数量,其基于多元醇中烷氧基单体的总量,以百分比表示。这些E0可以无规或嵌段存在,并优选在聚醚多元醇中与P0组合。最优选的聚醚多元醇是组合的E0-P0的聚醚多元醇,是指聚醚多元醇是通过起始组分与仅选自E0和P0的环氧烷反应提供的,且其以无规或有序形式提供嵌段聚合物。

[0026] 聚醚多元醇可以是E0封端,这意味着至少最后加入到多元醇的环氧烷是E0。

[0027] 因此,根据本发明的一些实施方案,聚醚多元醇的E0含量可以在5至80%。

[0028] 将该粗碱性聚醚多元醇混合物与酸,任选酸水溶液形式提供的酸混合。从而中和

该碱催化剂。为了中和该粗聚醚多元醇,将一元或多元质子酸添加到未中和的聚醚多元醇中,以使得“A”摩尔数的一元或多元质子酸添加到未中和的聚醚多元醇中,以使得 $B \leq n \cdot A$,其中B是必要的完全中和粗聚醚多元醇质子的摩尔数,n是所述一元或多元质子酸可以给与的质子数。

[0029] 碱催化剂通常是碱金属氢氧化物,B通常是粗聚醚多元醇中碱金属氢氧化物的摩尔数。当使用单质子酸如盐酸(HCl)时,每摩尔碱金属氢氧化物通常添加1.00到1.064摩尔的单质子酸。对于二元质子酸如己二酸,每摩尔碱金属氢氧化物通常添加0.50到0.53摩尔的酸。

[0030] 中和的聚醚多元醇的酸度即酸值,表示为每克需要添加以中和酸的聚醚的KOH(毫克)的重量。通常中和的聚醚多元醇的酸值为0.01到0.1毫克KOH/g。

[0031] 用于中和碱催化剂的酸可以以原样与添加的水结合的方式加入,或者以水溶液的形式加入。可将该水全部作为酸水溶液的一部分加入,或者,该水仅有一部分用于提供所述酸水溶液,剩余的水单独加入。

[0032] 通常每100重量份的粗聚醚多元醇中的聚醚多元醇加入0.5至10重量份的水。

[0033] 适合的酸为a.o.无机酸如 H_2SO_4 , H_3PO_4 , HCl, CO_2 (作为在水中形成 H_2CO_3 的气体添加),或有机酸例如甲酸,酒石酸,己二酸,草酸,丙二酸,琥珀酸,戊二酸,马来酸,富马酸,乙酸,柠檬酸,庚二酸,辛二酸,壬二酸和癸二酸,或这些酸的任何混合物。

[0034] 根据本发明的一些实施方案,所述酸的酸水溶液可用于中和该粗聚醚多元醇混合物。

[0035] 通常,当将KOH或NaOH用作碱催化剂且将己二酸用作中和该粗聚醚多元醇时,每摩尔KOH或NaOH中加入0.49至0.56摩尔的己二酸,优选0.5到0.53摩尔的己二酸。

[0036] 该粗碱性聚醚多元醇混合物,在中和之前,期间和/或之后,优选达到或保持在25至150°C,例如,在70到150°C的温度范围内,更优选在80到130°C的温度。

[0037] 在该粗碱性聚醚多元醇混合物中和之后,除去至少部分混合物中存在的水,从而提供第一脱水中和的聚醚多元醇混合物,该混合物包括聚醚多元醇,和通过碱催化剂和加入的酸形成的盐。由于除去至少部分水,所以导致一部分或全部的盐结晶,并因此提供盐晶体。

[0038] 第一脱水处理可以是蒸馏方法,即通过加热该粗制中和的聚醚多元醇混合物以除去水和/或使粗中和的聚醚多元醇混合物置于真空以除去至少部分的水。最优选的是,使粗制中和的聚醚多元醇混合物的温度达到或保持在25到250°C的范围内,如在70到160°C的范围内,更优选在80至140°C的范围内,同时使反应器的压力达到0.20到0.01bar。

[0039] 术语“bar”是指“绝对巴”,即以单位巴表示的压力,零一是指完全,即绝对,真空。1bar等于100000Pa。

[0040] 除去至少部分的水后,在所述第一脱水中和的聚醚多元醇混合物中水为0.00至5.00%w,更优选为0.01至3.00%w,更优选在0.10至1.00%w。

[0041] 任选地,虽然非必须,可以从所述第一脱水的聚醚多元醇混合物中除去(例如过滤)形成的一部分晶体。

[0042] 在第一脱水步骤的脱水后,将水再次加到第一脱水中和的聚醚多元醇中。

[0043] 水可以是例如蒸馏水(或冷凝水)或脱矿质水。

[0044] 加入水引起至少一部分,优选所有的盐晶体再次溶解。

[0045] 最优选的,该脱水中和的聚醚多元醇混合物的温度达到或保持在25至250℃的范围内,如在25至150℃的范围内,更优选在80至140℃的范围内。加入的水的温度可用于控制在此再溶解步骤中,脱水中和的聚醚多元醇混合物的温度。加入的水也达到或保持在25到250℃的范围内,通常在60至100℃的范围内,更优选的范围为85至95℃。

[0046] 加入的水的量可以为每100重量份粗聚醚多元醇中的聚醚多元醇0.5至10重量份的范围,更优选在1到5重量份的范围。

[0047] 因此,根据本发明的一些实施方案,加入到第一脱水中和的聚醚多元醇混合物的水的量可以是每100重量份的粗聚醚多元醇的聚醚多元醇0.5至10重量份的范围。

[0048] 任选但不是优选的,在加水期间或之后,也可以进一步加入组分如晶体生长促进组分(也称为晶种),例如所使用的无机酸的金属盐的水合物。

[0049] 通过添加水到第一脱水中和的聚醚多元醇混合物而再溶解至少一部分盐晶体之后,除去存在于第二粗制中和的聚醚多元醇混合物中存在的至少一部分水,由此提供第二脱水中和的聚醚多元醇混合物,该混合物包括聚醚多元醇和由碱催化剂和加入的酸形成的盐。因为除去至少部分水,所以一部分或全部盐再次结晶,从而提供了盐晶体。

[0050] 虽然不理解为什么,但再溶解和重结晶后得到的盐晶体具有较大的晶体尺寸和/或更窄的尺寸分布,这允许下一步骤中更好和更有效的控制和除去盐晶体。尤其是在使用过滤工艺从混合物中除去盐晶体的情况下,改进的晶体尺寸均匀度和晶体尺寸的增加能够获得更有效和更好的可控制的过滤步骤。

[0051] 盐晶体的尺寸通常为从小于10微米至约150微米或甚至更多。使用本发明的方法,大量晶体具有10微米或更大的尺寸,而目前已知的方法通常提供的大部分晶体的尺寸为小于10微米。

[0052] 第二脱水过程可以是蒸馏过程,例如通过加热第二粗制中和的聚醚多元醇混合物以除去水和/或使第二粗制中和的聚醚多元醇混合物置于真空以除去至少部分的水。

[0053] 最优选的是,粗制中和的聚醚多元醇混合物的温度达到或保持在25到250℃的范围内,如在70到160℃的范围内,更优选在80℃到140℃的范围内,而反应器的压力达到0.20到0.01bar的压力。在该脱水步骤结束之前,任选温度可以逐渐升高到约110至150℃。

[0054] 在除去至少部分水之后,在第二脱水中和的聚醚多元醇混合物中的水为小于0.08w%,更优选为0.01w%至最大0.08w%的范围。

[0055] 在第二粗制中和的聚醚多元醇混合物的脱水之后,盐晶体从第二脱水中和的聚醚多元醇中除去。由此该包含所述聚醚多元醇以及任选水的聚醚多元醇混合物,最多为0.08w%,所述w%表达为基于该聚醚多元醇混合物的总重量。

[0056] 优选通过过滤步骤除去盐晶体,其中第二脱水中和的聚醚多元醇流过过滤器,它在过滤器上保留了盐晶体,并让该多元醇与水,如果仍然存在的话,通过过滤器。

[0057] 因此,根据本发明的一些实施方案,通过过滤可以获得盐晶体的除去。

[0058] 聚醚多元醇可以例如用作聚氨酯生产的原料,其中该多元醇,在一般情况下,与多异氰酸酯组分如亚甲基二苯基二异氰酸酯(MDI)或甲苯二异氰酸酯(TDI)反应。

[0059] 独立和从属权利要求中列出了本发明的特定和优选的特征。从属权利要求的特征可以按需要与独立权利要求或其他从属权利要求的特征组合。

[0060] 本发明的上述和其他特性、特征和优点将通过下面的详细描述变得明显,以下详细描述通过举例的方式示例了本发明的原理。这给出的描述只是为了举例目的,而不是限制本发明的范围。

[0061] 本发明将参照特定的实施方案描述。

[0062] 应当注意的是,在权利要求中使用的术语“包括”,不应该被解释为对随后所列出方式的限制,它并不排除其它要素或步骤。因此,这被解释为具体描述如所提及的所述特征、步骤或组分的存在,但不排除存在或增加一个或多个其他特征,步骤或组分,或它们的组。因此,表述“包括手段A和B的装置”的范围不应当限于仅由部件A和B组成的装置。根据本发明,是指该装置的相关部件仅是A和B。

[0063] 整个本说明书中,涉及“一个实施方案”或“一种实施方案”。这些描述表明在本发明的至少一个实施方案中包括与该实施方案相关描述的特定特征。因此,短语“在一个实施方案中”或“在一种实施方案中”的短语在整个说明书中出现在不同的地方,其不一定都指同一个实施方案,但是它们可以指同一个实施方案。此外,特定的特征或特性可以以任何合适的方式在一个或多个实施方案中组合,这对本领域普通技术人员将是显而易见的。

[0064] 根据本发明制备4种多元醇。

[0065] 多元醇#I是甘油引发的EO封端的EO/PO聚醚多元醇,其具有6000的平均分子量。多元醇包括15.2w%的EO(基于EO和PO的总量)。

[0066] 多元醇#II是甘油引发的EO封端的EO/PO聚醚多元醇,其具有6000的平均分子量。该多元醇包括27.4w%的EO(基于EO和PO的总量)。

[0067] 多元醇#III是二丙二醇引发的EO封端的EO/PO聚醚多元醇,其具有3700的平均分子量。该多元醇包括16.0w%的EO(基于EO和PO的总量)。

[0068] 多元醇#IV是甘油引发的EO封端的EO/PO聚醚多元醇,其具有5000的平均分子量。该多元醇包括17.0w%的EO(基于EO和PO的总量)。

[0069] 上述的术语“EO/PO聚醚多元醇”是指在其聚合物链中包含EO单体和PO单体的多元醇。

[0070] 上述4种多元醇是使用根据本发明的方法制成的多元醇。结果列在下表I(多元醇+后缀“a”)。为了比较,制造了相同的多元醇,然而,然而在第一脱水步骤后没有添加水,并没有第二脱水步骤。结果列在下表II(多元醇+后缀“b”)。

[0071] 根据本发明的实施例:

[0072] 根据本发明的一些方法实施例是通过以下的通用方法实现。提供包括聚醚多元醇与作为碱性(碱)催化剂的KOH的粗碱性聚醚多元醇混合物。

[0073] 在95℃,通过加入含水己二酸溶液,将装在容器中(即下文的中和容器)的粗碱生聚醚多元醇混合物进行中和。该己二酸水溶液含有每摩尔碱催化剂约0.51摩尔己二酸和含有每100重量份的粗聚醚多元醇混合物中的多元醇2.5重量份的水(冷凝物)。由此提供第一中和的聚醚多元醇混合物。经过15到30分钟的中和后,将温度保持在95℃的温度的同时,经过2小时的时间段,通过将容器中的压力从1.8bar逐渐降低至0.1bar除去水。由此提供第一脱水中和的聚醚多元醇混合物。

[0074] 当中和容器中的压力达到0.1bar时,将容器排气至大气压。接着,加入每100重量份的粗聚醚多元醇混合物中的多元醇5重量份的水(冷凝物)。通常,水的温度在约80到100

℃。由此提供第二粗制中和的聚醚多元醇混合物。将分散的己二酸钾在95℃下再溶解15分钟。

[0075] 随后,在一个变化的时间段内(见表格),通过逐渐将压力从1.8bar降低到0.25bar,逐渐将多元醇混合物的温度升高到105或115℃第二次除去水。此后,在一个变化的时间段内(见表格),将压力进一步逐渐降低至小于0.01bar,同时,逐渐将多元醇混合物的温度升高到140℃。

[0076] 随着水被逐渐去除,形成己二酸钾晶体。当水含量在规定范围内,即最大0.08w%的水时,将容器排气至大气压。

[0077] 由此提供第二脱水中和的聚醚多元醇。

[0078] 对该加热的第二脱水中和的聚醚多元醇实施过滤处理。所形成的己二酸钾盐以粗晶体沉淀,从而在即使没有过滤助剂存在的情况下,过滤并没有任何问题。这样得到的聚醚多元醇混合物的残余碱含量小于5ppm,水含量最大值为0.08%。测定这些样品的酸度,获得在0.01-0.10mgKOH/g变化的值。

[0079] 本发明的以下实施方案实现:

[0080] 表I:

[0081]

多元醇	#Ia	#IIa	#IIIa	#IVa
KOH/批 次 ¹	0.18w%	0.18w%	0.18w%	0.18w%
mol 己 二 酸 /mol KOH	0.52	0.51	0.51	0.51
水量 # 1 ¹	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%
中和温 度	95C	95C	95C	95C
DH特征 #1	1,8>0.1bar T=95C,t=2h	1,8>0.1bar T=95C,t=2h	1,8>0.1bar T=95C,t=2h	1,8>0.1bar T=95C,t=2h
水量 # 2 ¹	5%	5%	5%	5%
DH特征 #2	1)1,8>0.25bar T=125C,t=2.25h 2)0.25>最小bar, T=140C, t= 1.75h	1)1,8>0.25bar, T=105C,t=3.25h 2)0.25 > 最小 bar, T=140C, t=2.25h	1)1,8 > 0.25bar, T=105C,t=3h 2)0.25>最小 bar, T= 140C, t=2h	1)1,8>0.25bar T=105C,t=3.25h 2)0.25 > 最小 bar, T=140C, t=2h
过滤器 规格 ²	C	B	A	B

[0082] ¹:基于粗多元醇混合物中的多元醇重量的重量百分比[0083] ²:过滤规格:过滤40吨多元醇所需的时间

[0084] [A]<90分钟:非常快速过滤

[0085] [B]90<x<120分钟:快速过滤

[0086] [C]120<x<240分钟:中速过滤

[0087] [D]>240分钟:慢速过滤。

[0088] 对比例:

[0089] 使用与以上所描述的类似方法,处理相同的多元醇,但是在第一脱水步骤后不加水,也没有第二脱水步骤。如表II所述,逐步改变温度和压力。并且在本文中,最小压力小

于0.01bar。第一脱水步骤后的盐晶体以相同的方式过滤掉,以提供现有技术中聚醚多元醇混合物。

[0090] 表II:

[0091]

多元醇	#Ib	#IIb	#IIIb	#IVb
KOH/批 次 ¹	0.18w%	0.18w%	0.18w%	0.18w%
mol 酸 /mol KOH	0.52	0.51	0.51	0.51
水量 # 1 ¹	2.5%	2.5%	2.5%	2.5%
中和温 度	95C	95C	95C	95C
DH 特征 #1	1,9>最小 bar T=95>140C,t=3h	1,9>最小 bar T=95 > 140C,t=3h	1,9>最小 bar T=95 > 140C,t=3h	1,9>最小 bar T=95 > 140C,t=3h
过滤器 规格 ²	D	D	C	C

[0092] ¹:基于粗多元醇混合物中的多元醇重量的重量百分比

[0093] ²:过滤器规格:过滤40吨多元醇所需的时间

[0094] [A]<90分钟:非常快速过滤

[0095] [B]90<x<120分钟:快速过滤

[0096] [C]120<x<240分钟:中速过滤

[0097] [D]>240分钟:慢速过滤。

[0098] 按照ASTM D4672测定水含量,根据ASTM D4668测定钾含量和按照ASTM D4662测定酸度。

[0099] PSD测试

[0100] 从多元醇Ia和Ib,在最后的过滤步骤后对晶体的粒度分布(PSD)进行测定。结果列于表III。

[0101] 表III

[0102]

PSD(vol%)	多元醇Ia	多元醇Ib
<10微米	14	63
10-20微米	22	27
20-50微米	44	9

50-100微米	18	1
>100微米	2	0

[0103] 可能会注意到,使用标准的做法,63%体积的晶体具有小于10微米的尺寸。根据本发明的方法提供了只有14%体积的晶体具有这样的小尺寸,而大多数的颗粒的尺寸在10到100微米的范围内。

[0104] 可以理解的是,尽管为了提供本发明的实施方案,优选的实施方案和/或材料已经被讨论,在不违背本发明的范围和精神的情况下,可以作出各种修改或变化。