

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08G 65/26 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810178312.6

[43] 公开日 2009 年 6 月 3 日

[11] 公开号 CN 101445598A

[22] 申请日 2008.11.28

[21] 申请号 200810178312.6

[30] 优先权

[32] 2007.11.28 [33] DE [31] 102007057147.1

[71] 申请人 赢创戈尔德施米特有限公司

地址 德国埃森

[72] 发明人 A·泽尔曼 V·策尔默

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 于 辉

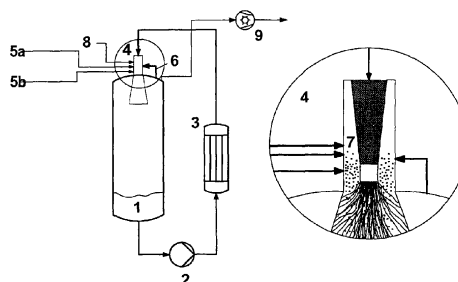
权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 1 页

[54] 发明名称

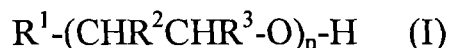
在具有喷射器的环流反应器中使用 DMC 催化剂进行烷氧基化的方法

[57] 摘要

本发明涉及在具有喷射器的环流反应器中使用 DMC 催化剂进行烷氧基化的方法。具体地，涉及制备式(I)的聚醚的方法 $R^1 - (CHR^2CHR^3 - O)_n - H$ (I)；其中 $n = 1$ 至 12000， $R^1 =$ 包含至少一个碳原子的基团，且 R^2 和 R^3 各自独立地为 H 或烃基，其中用下标 n 标记的单元可以相同或不同（因此不同单元中的 R^2 和 R^3 基团可以相同或不同），所述方法通过在环流反应器中，在双金属氧化物催化剂（DMC 催化剂）的存在下使包含 R^1 基团的起始化合物烷氧基化而进行，其特征在于所述烷氧基化在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中进行，其中所有参与反应的物质或辅助剂都可以添加至循环的反应混合物中，同时（随机添加）或在不同的时间（分段添加）将一种氧化烯或多种不同的氧化烯通过喷射器混合喷嘴计量加入反应混合物中。



1. 制备式(I)的聚醚的方法



其中

$n = 1$ 至 12000,

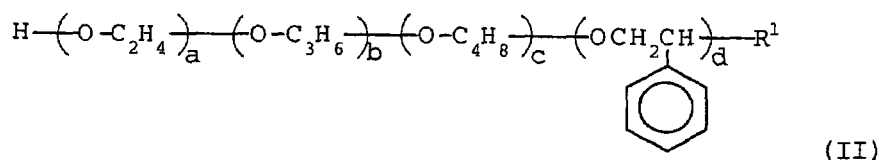
$R^1 =$ 包含至少一个碳原子的基团, 且

R^2 和 R^3 各自独立地为 H 或烃基, 其中用下标 n 标记的单元可以相同或不同,

所述方法通过在环流反应器中, 在双金属氰化物催化剂(DMC 催化剂)的存在下, 使包含 R^1 基团的起始化合物烷氧化化而进行,

其特征在于所述烷氧化化在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中进行, 其中所有参与反应的物质或辅助剂都可以添加至循环的反应混合物中, 同时(随机添加)或在不同的时间(分段添加)将一种氧化烯或多种不同的氧化烯通过所述喷射器混合喷嘴计量加入反应混合物中。

2. 如权利要求 1 所述的方法, 其特征在于制备的式(I)的聚醚是式(II)的聚醚



其中

a 为 0 至 300,

b 为 0 至 300,

c 为 0 至 300,

d 为 0 至 300,

R^1 是包含至少一个碳原子的基团, 并且条件是下标 a 至 d 中的至少一个不等于 0。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于间歇地进行所述方法。
4. 如权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于连续地进行所述方法。
5. 如权利要求 1 至 4 之一所述的方法，其特征在于通过所述喷射器混合喷嘴将惰性气体供给到反应混合物中，并且在集成在环流反应器中的真空系统中，通过降低压力将比所述聚醚更易挥发的成分从反应混合物中去除。
6. 如权利要求 1 至 5 中的至少一个所述的方法，其特征在于首先在起始阶段将聚醚和 DMC 催化剂作为反应混合物加入，然后，同时将起始化合物和至少一种氧化烯计量加入所述反应混合物中。
7. 如权利要求 1 至 6 中的至少一个所述的方法，其特征在于所述起始化合物选自醇、羧酸、醛和酮。
8. 如权利要求 7 所述的方法，其特征在于所用的起始化合物为单羟基醇或多羟基醇。
9. 如权利要求 1 至 8 中的至少一个所述的方法，其特征在于在第一阶段同时添加所述起始化合物和所述至少一种氧化烯，并且在随后的阶段中添加一种或多种其中没有添加起始化合物的氧化烯。
10. 如权利要求 1 至 8 中的至少一个所述的方法，其特征在于所述起始化合物和所述至少一种氧化烯全都是同时添加。

在具有喷射器的环流反应器中使用 DMC 催化剂进行烷氧基化的方法

技术领域

本发明涉及在双金属氰化物催化剂(DMC 催化剂)的存在下在具有喷射器(喷嘴)的环流反应器中进行烷氧基化的方法。

背景技术

长期以来已知双金属氰化物催化剂(DMC 催化剂)及其在制备聚醚多元醇中的应用。特别是文献 EP 0 868 468、EP 0 879 259、EP 0 981 407、EP 0 971 970、EP 1 012 203、EP 1 017 738、EP 1 173 498、EP 1 254 714、EP 1 258 291、EP 1 382 629、EP 1 577 334 和 WO 05/042616 以及这些文献中引用的文献详细描述了 DMC 催化剂的制备及其应用,特别是在通过烷氧基化制备聚醚中的应用。所提及的文献的内容全部加入本发明的公开内容中。

包括高反应性在内,由于 DMC 催化剂具有高底物选择性,在烷氧基化反应中其具有可以获得非常窄的摩尔质量分布并且大大减少副反应形成的优点。

然而,DMC 催化剂也具有某些缺点,所述缺点阻碍了使用 DMC 催化剂制备的聚醚在特定用途中的应用。

具体而言,在烷氧基化方法中 DMC 的缺点为:

1. DMC 催化剂具有可以被特定的物质例如低摩尔质量的起始物抑制的不良性质(EP 1 017 738)。因此通常不可能——如在常规(例如碱)催化的情况下——首先加入低分子量醇(例如烷氧基化的起始化合物)和催化剂的混合物。因此,在 DMC-催化的烷氧基化方法中,加成反应首先从加入反应器的物质开始,催化剂悬浮于其中。悬浮介质可以是聚醚或氧化烯将要加成至其上的起始化合物(例如醇),或两者的混合物。悬浮介质优选为聚醚。特别优选使用仍然能够被 DMC-催化的聚醚作为悬浮介质。然后与氧化烯并行地计量加入达到期望的摩尔质量所需的量的起始化合物(例如醇)。这在起始化合物(例如醇)和氧化烯的并行加入阶段中导致很宽且很不均匀的摩

尔质量分布。然而，DMC 催化剂的特征在于由于其具有高选择性，因此在氧化烯和起始化合物(例如醇)的同时加入结束后，在后续的仅添加氧化烯的过程中摩尔质量分布再度大大变窄。然而，这对于特殊的应用而言可能是不利的。

2. 通常需要将 DMC 催化剂活化或初始化。可以例如通过蒸馏将挥发性成分从催化剂中去除来进行活化，如果合适，同时施加低压。通过将很少量的氧化烯添加至催化剂和悬浮介质的混合物中来进行催化剂的初始化，所述催化剂可以已经过所述的预处理。在反应温度下为气态的氧化烯的情况下，可以通过压力的下降来检测反应的“开始”。

3. 由于具有高选择性，DMC 催化剂易于形成同源系列(homologous series)，即在同时添加不同的氧化烯类型的情况下，优选地形成相同类型的链。例如，在同时添加氧化乙烯和氧化丙烯的情况下，氧化乙烯优选地加成到已通过氧化乙烯的加成形成反应性端基的分子上。氧化丙烯优选地加成到已通过氧化丙烯的加成形成的反应性端基上。因此，不可能通过随机或间歇地供给不同的氧化烯类型而可选择地获得具有所需的氧化烯序列以及可选择的分子量分布的分子结构的组合(buildup)。此现象在低分子量氧化烯的情况下尤其显著。

发明内容

因此，本发明的目的是提供可以避免一个或多个上述缺点的替代的烷氧基化方法。

已出人意料地发现，在用作反应混合器的环流反应器的喷射器中的摩尔质量分布(其在使用 DMC 催化剂进行烷氧基化的情况下通常非常窄)可以通过同时添加起始化合物(如醇)和氧化烯来控制，并且/或者在间歇或随机添加不同氧化烯类型的情况下，由于向反应混合物中交替添加不同的氧化烯，因此添加的氧化烯的快速和/或良好的混合实现了不同氧化烯的控制添加，这使得即使在使用 DMC 催化剂的情况下也能获得期望的分子结构的组合。

因此，本发明提供了用于制备式(I)的聚醚的方法



其中

$n = 1$ 至 12000,

R^1 = 包含至少一个碳原子的基团

且

R^2 和 R^3 各自独立地为 H 或烃基, 其中用下标 n 标记的单元可以相同或不同(因此不同单元中的 R^2 和 R^3 基团可以相同或不同),

所述方法通过在环流反应器中, 在双金属氰化物催化剂(DMC 催化剂)的存在下使包含 R^1 基团的起始化合物烷氧化化而进行,

其特征在于烷氧化化在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中进行, 其中所有参与反应的物质或与不参与反应的辅助剂例如溶剂都可以添加至循环的反应混合物中, 同时(随机添加)或在不同的时间(分段添加)将氧化烯或多种不同的氧化烯通过喷射器混合喷嘴计量加入反应混合物中。

现有技术(例如在 EP 0 419 419 中)公开了具有喷射器的环流反应器。在这些环流反应器中, 通过喷射器混合喷嘴使液体反应器成分循环, 所述喷射器混合喷嘴通过文丘里 (Venturi) 原理工作(示例性说明见图 1)。使用循环泵(2)输送反应器成分(1), 任选地通过热交换器(3), 通过喷射器混合喷嘴(4)返回反应器。在喷射器混合喷嘴(7)的气体空间中, 文丘里作用产生了低压, 气相或液相反应物(5)或反应器自身的气相(6)通过所述低压被吸入并且与再循环的液体充分混合。液体的喷雾以及液相或气相成分的吸入使得可以产生非常大的相交换区域。因此, 所述反应器还特别地用于进行以非常高的反应速率为特征的气-液反应。

在现有技术中, 所述反应器类型用于烷氧化化, 例如用于乙氧化化。优选使用其中仅少量气相氧化乙烯加成至例如醇上的反应器类型。在其他烷氧化化方法的情况下, 在所述烷氧化化方法中通过添加较大量的氧化烯而实现较高的摩尔质量或使用反应性较低的氧化烯(例如氧化丙烯、氧化丁烯、氧化苯乙烯等), 与传质相比较, 添加速率更大程度上受反应动力学的限制。在这些情况下, 在液相中仍然发现了未用尽的反应物的量。在这种情况下, 与常规技术(例如搅拌式反应器或在气相中喷射液体的环流反应器)相比, 喷射器混合喷嘴的优点没有完全体现出来。

已出人意料地发现, 由于使用 DMC 催化剂, 这些使用常规催化剂的

受限于很低的反应速率的烷氧化化反应导致由于具有高反应速率而基本上仅由传质决定的反应。这样，在这种烷氧化化中也可以利用具有喷射器的环流反应器的特殊优点，所述烷氧化化在使用 DMC 催化剂之前的添加速率仅由慢反应速率决定。

因此，在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中进行 DMC-催化的烷氧化化提供了能够以高的添加速率进行各种烷氧化化的优点，在所述烷氧化化中使用特定的氧化烯和起始化合物并且/或者获得了高摩尔质量。具体而言，可以特别有利地进行所使用的氧化烯是氧化丙烯、氧化丁烯和/或氧化苯乙烯的烷氧化化。

本发明在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中、在存在 DMC 催化剂的情况下进行的烷氧化化的性能的优点在于在所述具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中可以通过“氮汽提”(nitrogen stripping)而特别有利地进行催化剂的活化以及以痕量存在的可能会抑制催化剂的成分的蒸馏去除。在此情况下，将惰性气体流添加至喷射器混合喷嘴(8)并且同时通过真空系统(9)将挥发性成分蒸馏去除。

本发明的方法的另一个优点在于与在常规反应器中进行的催化剂初始化合相比可以使用较少量的氧化烯，首先，由于这使得反应器中未用尽的反应物的量最小化，因此这意味着安全性增加的优点，其次，分子结构的组合不受氧化烯的初始化合量的影响。

本发明方法的另一个优点在于由于氧化烯和起始化合物相对于喷射器的气体空间中的降低的压力之比始终几乎为常数，因此可以非常精确地并且特别是可重复性很高地控制氧化烯流和起始化合物流的比例。以此方式，可以防止在过快地添加起始化合物(例如醇)的情况下，由于 DMC 催化剂的抑制而导致的反应中止，或者，在随后的为达到给定的定量平衡而仅添加氧化烯的阶段中，在过快地添加氧化烯的情况下，可以防止所述阶段过短以至于不能获得窄的摩尔质量分布。

通常，为了保持同时添加的阶段尽可能短或者仅计量添加氧化烯的阶段持续尽可能长的时间，为了获得非常窄的分子量分布，相对于氧化烯的添加，应非常快地计量加入起始化合物(例如醇)的量。然而，对于聚醚的特定的应用(例如用于制备经有机改性的硅氧烷化合物)，可以有利地获得具有

特定的低分子量化合物和高分子量化合物比例的特定摩尔质量分布。

因此,本发明(其中将喷射器混合喷嘴用作起始化合物(例如醇)和氧化烯的同时添加的反应混合器)的特别的优点在于可以建立可重复性高的定量比调节,以使得在同时添加起始化合物和氧化烯期间可以以可控且可重复的方式建立摩尔质量分布的宽度以及低分子量和高分子量聚醚的比例。

更具体地,本发明的优点在于在同时添加起始化合物和氧化烯期间可以可重复地建立摩尔质量分布。在添加的起始化合物和氧化烯的总量相等的情况下,在组合添加之后进行时间相对较短的氧化烯的单独添加导致了宽的摩尔质量分布。相反,起始化合物和氧化烯的短时间同时添加以及由此的氧化烯的较长时间添加导致了较窄的摩尔质量分布。

根据期望的摩尔质量分布,本发明的方法或者在第一阶段中同时添加起始化合物和至少一种氧化烯,然后在此第一阶段之后的阶段中添加一种或多种氧化烯并且不添加起始化合物,单独添加的持续时间可以改变;或者在整个反应过程中仅同时添加起始化合物和至少一种氧化烯。

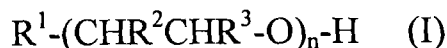
本发明方法的另一个非常特别的优点在于由于在起反应混合器作用的喷射器混合喷嘴中的强烈的传质以及极短的与反应物的接触时间,因此可以降低 DMC 催化剂形成同源聚醚链的倾向。此外,与常规的反应器类型(例如搅拌式反应器)相比,在所述的反应器类型中,由于氧化烯流的极佳的调节能力(regulability)以及计量加入反应混合器(喷射器混合喷嘴)内的氧化烯的迅速消耗,通过不同氧化烯的控制的添加顺序可以阻碍由 DMC 催化剂易于形成的同源系列。

具体实施方式

下面将通过实施例描述本发明的方法,这些说明性的实施方案没有任何限制本发明的范围的意图。当在下文中提到范围、通式或化合物类型时,其不仅应包括明确提及的相应范围或化合物组,而且还应该包括可以通过选择单独的数值(范围)或化合物而获得的所有的子范围和化合物的子类。当本说明书的上下文中引用文献时,所述文献的内容应该被全部包括在本发明的公开的内容中。当本发明中的上下文中描述的化合物具有不同的出现数次的单元时,所述单元在这些化合物中可以以随机的分布(无规寡聚体)

或有序的形式(嵌段寡聚体)出现。在所述化合物中与单元的数目有关的陈述应被理解为所讨论的所有化合物平均后的平均数。

制备式(I)的聚醚的本发明的方法



其中

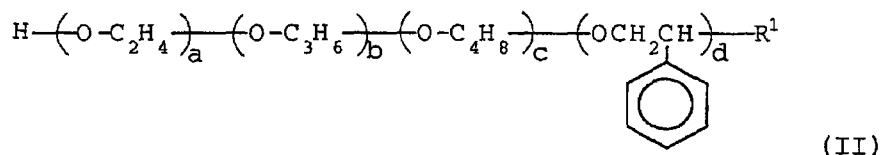
$n = 1$ 至 12000, 优选 4 至 800, 优选 20 至 400, 更优选 80 至 200,

$R^1 =$ 包含至少一个碳原子的基团, 优选有机基团, 优选通过碳原子或杂原子(优选氧或氮)连接的有机基团, 特别是以此方式连接的烃基, 更优选以此方式连接的烷基或烯基并且可以为取代或未取代的, 特别是被(其它)OH 基团取代的, 其中 R^1 基团优选具有 1 至 30 个碳原子, 优选 2 至 20 个碳原子, 更优选 3 至 10 个碳原子, 且

R^2 和 R^3 各自独立地为 H 或烃基, 其中用下标 n 标记的单元可以相同或不同(因此不同单元中的 R^2 和 R^3 基团可以相同或不同),

所述方法通过在环流反应器中, 在双金属氰化物催化剂(DMC 催化剂)的存在下使包含 R^1 基团的起始化合物烷氧基化而进行, 其特征在于烷氧基化在具有喷射器混合喷嘴的环流反应器中进行, 其中所有参与反应的物质或辅助剂都可以添加至循环的反应混合物中, 同时(随机添加)或在不同的时间(分段添加)将氧化烯或多种不同的氧化烯通过喷射器混合喷嘴计量加入反应混合物中。

所制备的式(I)的聚醚优选为式(II)的聚醚



其中

a 为 0 至 300, 优选 1 至 200, 优选 5 至 100, 更优选 10 至 70, 最优选 20 至 50,

b 为 0 至 300, 优选 1 至 200, 优选 5 至 100, 更优选 10 至 70, 最优选 20 至 50,

c 为 0 至 300, 优选 1 至 200, 优选 5 至 100, 更优选 10 至 70, 最优选

选 20 至 50,

d 为 0 至 300, 优选 1 至 200, 优选 5 至 100, 更优选 10 至 70, 最优选 20 至 50,

R^1 的定义如上所述, 且尤其是有机基团, 优选为烃基, 优选为烷基或烯基, 其可以是取代的, 特别是被(其它)OH 基团取代的, 并且具有 2 至 30, 更优选 2 至 20, 最优选 3-10 个碳原子, 并且

条件是下标 a 至 d 中的至少一个不等于 0, 优选其中两个不等于 0, 通过使包含有机 R^1 基团的起始化合物(例如醇)烷氧基化获得。

在本发明的上下文中, 起始化合物应理解是指形成将要制备的聚醚分子的初始(起始)物质, 其中所述聚醚分子通过氧化烯的加成获得。本发明方法中使用的起始化合物优选选自胺、醇、羧酸、醛和酮, 更优选选自醇、羧酸、醛和酮。特别优选使用单羟基醇或多羟基醇 R^1 -H(H 属于醇的 OH 基团)作为起始化合物。可以用于本发明方法的多羟基醇的实例为例如乙二醇、甘油、1,2-丁二醇、1,3-丁二醇或 1,4-丁二醇、烷基糖苷例如 α -甲基糖苷、山梨醇、甘露醇等。所用的多羟基醇优选为乙二醇或甘油。单羟基醇的实例为不超过 C_{30} 的烷醇以及其它单羟基醇例如烯丙醇。特别优选使用例如甲醇、丁醇、己醇、壬醇和烯丙醇。

反应混合物包含至少一种 DMC 催化剂, 优选地, 所述催化剂良好地分布在悬浮介质中。悬浮介质可以是聚醚, 或加成氧化烯至其上的起始化合物(例如醇), 或两者的混合物。悬浮介质优选为聚醚。特别优选使用起始化合物与所述起始化合物相同, 优选与醇 R^1 -H 相同的聚醚作为悬浮介质。同样, 该聚醚更优选在 DMC 催化下制备并且优选可以仍包含 DMC 催化剂。

所用的 DMC 催化剂可以是所有已知的 DMC 催化剂, 优选包含锌和钴的那些 DMC 催化剂, 优选包含六氰合钴酸(III)锌的那些催化剂。优选使用 US 5,158,922、US 20030119663、WO 01/80994 或上述引用的文献中所述的 DMC 催化剂。

在反应混合物中, 催化剂浓度优选 >0 至 1000 ppmw (重量 ppm), 优选 >0 至 500 ppmw, 更优选 10 至 250 ppmw, 更优选 30 至 150 ppmw。当连续地进行本发明的方法时, 可以使用喷射器混合喷嘴将新催化剂混入反应混合物中。

本发明的烷氧基化优选在 60 至 250°C 的温度下进行, 优选 100 至 180°C, 更优选在 120 至 160°C 的温度下进行。烷氧基化优选在 0.0002 至 10 MPa 的绝对压力下进行, 优选 0.0005 至 1 MPa, 更优选 0.001 至 0.2 MPa。由于反应器可以在距离安全阀的响应压力的高余量的条件下操作, 因此在降低的压力下进行烷氧基化使得将要进行的反应非常为安全。如果合适, 通过添加惰性气体(例如氮), 烷氧基化也可以在升高的压力下进行。

为了使反应开始进行, 将含有在悬浮介质中的 DMC 催化剂的反应混合物首先加入环流反应器中, 并通过喷射器混合喷嘴将至少一种氧化烯, 优选仅一种氧化烯计量加入反应混合物中将是有益的。在起始混合物中氧化烯与反应性基团特别是 OH 基团的摩尔比优选为 0.1 至 5, 优选 0.2 至 2, 更优选 0.2 至 1。在添加氧化烯之前, 通过例如蒸馏将存在的任何能抑制反应的物质从反应混合物中去除将是有益的。

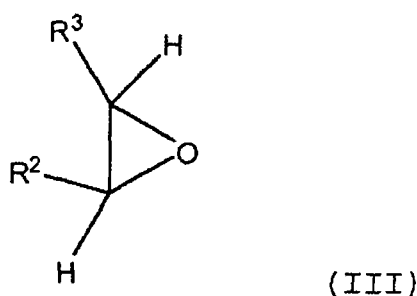
本发明的方法优选以以下方式进行: 首先加入聚醚并将 DMC 催化剂悬浮于所述聚醚中, 所述聚醚优选使用期望的起始化合物制备, 更优选使用 DMC 催化剂制备并仍可以以悬浮的形式包含所述 DMC 催化剂。然后用泵使该反应混合物在环流反应器中循环。随后, 通过添加惰性气体例如氮并降低压力将可以抑制 DMC 催化剂的挥发性成分蒸馏去除。此后, 在喷射器混合喷嘴中将至少一种氧化烯, 优选仅一种氧化烯以起始量计量加入反应混合物中。氧化烯与反应性基团特别是 OH 基团的摩尔比例优选在上述范围内。

可以例如通过监测压力来检测反应的开始。在气相氧化烯的情况下, 反应器中的压力骤降表明正在结合(incorporate)氧化烯, 因此反应已经开始, 并且起始阶段结束。

在起始阶段之后, 即在反应开始之后, 根据期望的摩尔质量或摩尔质量分布, 或者并行地计量加入起始化合物以及氧化烯, 或者仅计量加入氧化烯。基于所用的起始化合物, 特别是基于所用的起始化合物的 OH 基团的数目, 计量加入的氧化烯的摩尔比优选为 0.5 至 10。

具体氧化烯的添加的持续时间取决于目标分子中氧化烯单元的期望的顺序。

所用的氧化烯可以是具有通式(III)的化合物



其中 R^2 和 R^3 各自独立地为 H 或烃基。所述烃基可以是环脂族的烃基，但特别是直链或枝化的烃基，特别是具有 1 至 20 个碳原子，优选具有 1 至 6 个碳原子的烃基，更优选为甲基、乙基或苯基。 R^2 和 R^3 也可以是环状基团的一部分，在此情况下 R^2 和 R^3 形成二价基团。烃基 R^2 和 R^3 还可以进一步具有官能团例如卤素、羟基和缩水甘油氧基丙基。所述氧化烯包括表氯醇、2,3-环氧-1-丙醇，以及多官能环氧化物化合物例如 1,2-乙基二缩水甘油基醚、1,4-丁基二缩水甘油基醚和 1,6-己基二缩水甘油基醚。优选地，两个 R^2 和 R^3 基团中的至少一个为氢。特别优选使用氧化乙烯、氧化丙烯、1,2-或 2,3-环氧丁烷、环氧异丁烷、1,2-环氧十二烷、氧化苯乙烯、氧化环己烯、氧化乙烯基环己烯和/或氧化苯乙烯作为氧化烯。

所用的氧化烯也可以是缩水甘油基化合物，例如缩水甘油基醚或缩水甘油基酯，其至少一个缩水甘油氧基丙基基团通过醚或酯官能团与直链或枝化的 1 至 24 个碳原子的烷基、芳基或环脂基团连接。此类化合物包括例如烯丙基、丁基、2-乙基己基、环己基、苄基、 C_{12}/C_{14} 脂肪醇、苯基、对叔丁基苯基和邻甲苯基缩水甘油基醚。优选使用的缩水甘油基酯为例如甲基丙烯酸缩水甘油酯、丙烯酸缩水甘油酯和新癸酸缩水甘油酯。

为了获得优选的式(II)的化合物，在本发明的方法中，对于每摩尔起始化合物或每摩尔存在一摩尔起始化合物中的反应性基团，特别是 OH 基团，转化平均优选 0 至 300 摩尔，优选 1 至 200 摩尔，优选 5 至 100 摩尔，更优选 10 至 70 摩尔，最优选 20 至 50 摩尔的其中 R^2 和 $R^3 = H$ 的式(III)化合物和/或 0 至 300 摩尔，优选 1 至 200 摩尔，优选 5 至 100 摩尔，更优选 10 至 70 摩尔，最优选 20 至 50 摩尔的其中 $R^2 =$ 甲基且 $R^3 = H$ 的式(III)化合物和/或 0 至 300 摩尔，优选 1 至 200 摩尔，优选 5 至 100 摩尔，更优选 10

至 70 摩尔，最优选 20 至 50 摩尔的其中 $R^2 =$ 乙基且 $R^3 = H$ 的式(III)化合物和/或 0 至 300 摩尔，优选 1 至 200 摩尔，优选 5 至 100 摩尔，更优选 10 至 70 摩尔，最优选 20 至 50 摩尔的其中 $R^2 =$ 苯基且 $R^3 = H$ 的式(III)化合物。

在本发明的方法中，通过喷射器混合喷嘴将惰性气体作为辅助剂添加至反应混合物中，并且在集成在环流反应器中的真空系统中，通过降低压力将比聚醚更易挥发的成分从反应混合物中去除将是有利的。以此简单的方式，可以从反应混合物中去除可以抑制催化剂的物质例如低级醇或水。特别是当反应开始时，添加惰性气体并同时去除更易挥发的成分是有利的，这是由于在反应开始时反应物的添加或副反应可以使得抑制性化合物进入反应混合物中。

本发明的方法可以间歇或连续地进行。

本发明的方法可以制备式(I)的聚醚。具体而言，本发明的方法可以用于制备式(I)的聚醚，所述聚醚的特征在于就氧化烯单元的结构组合和摩尔质量分布而言，其可以以可控的方式以及可重复地制备。这些聚醚特别适于制备有机改性的硅氧烷化合物。

通过图 1 对本发明进行详细说明，没有任何将本发明限制在所示的实施方案的范围内的意图。

图 1 显示了可以用于本发明的环流反应器的实施方案的示意图。在该实施方案中，用循环泵(2)输送反应混合物(1)(如果合适，经过热交换器)通过喷射器混合喷嘴(4)回到反应器中。在喷射器混合喷嘴(4)的气体空间(7)中，文丘里效应产生了低压，气体或液体反应物(5a 和 5b)或反应器自身的气相(6)通过所述低压被吸入并且与循环的反应混合物强烈混合。为了控制反应或为了进行汽提，还可以将惰性气体(8)例如氮气添加至气体空间(7)中。可以使用真空系统(9)从反应混合物中去除比制备的或首先加入的聚醚更易挥发的成分。

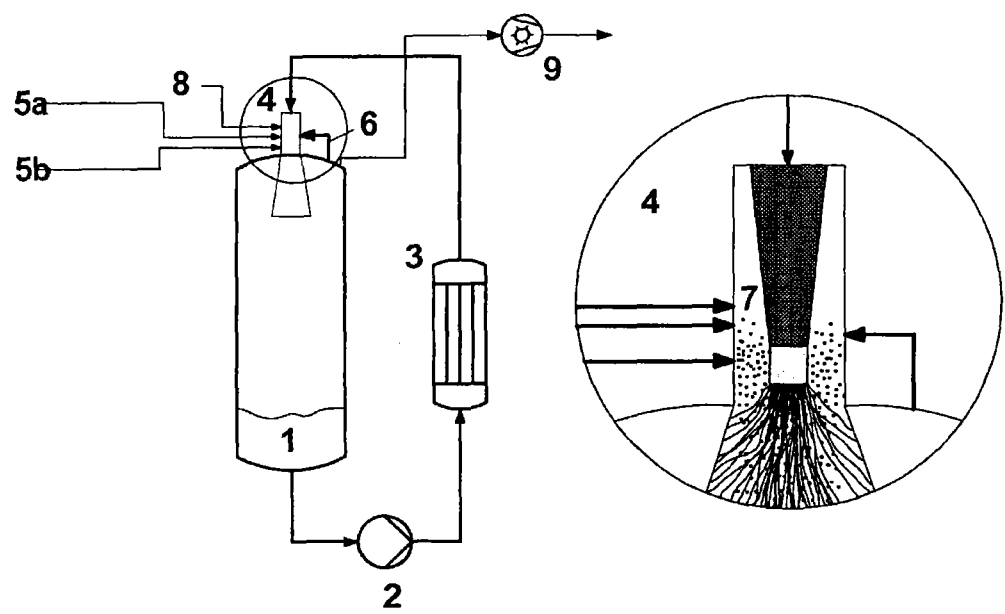


图 1