

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08G 65/26 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580012824.X

[45] 授权公告日 2009 年 12 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 100567367C

[22] 申请日 2005.4.21

[21] 申请号 200580012824.X

[30] 优先权

[32] 2004.4.21 [33] US [31] 10/828,967

[86] 国际申请 PCT/EP2005/004295 2005.4.21

[87] 国际公布 WO2005/103116 英 2005.11.3

[85] 进入国家阶段日期 2006.10.23

[73] 专利权人 巴斯福股份公司

地址 德国路德维希港

[72] 发明人 T·奥斯特洛夫斯基 R·鲁佩尔

G·赫皮内尔 S·伯格曼

K·范德沃尔 E·鲍姆

[56] 参考文献

EP1403301A 2004.3.31

CN1150582A 1997.5.28

审查员 王东涛

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 林柏楠 刘金辉

权利要求书 2 页 说明书 10 页

[54] 发明名称

具有环氧乙烷端部嵌段的反应性聚醚多元醇
的制备方法

[57] 摘要

通过将烯化氧加成到 H-官能的起始剂物质上制备具有环氧乙烷端部嵌段的聚醚多元醇的方法，其中 A) 以半连续操作模式通过双金属氰化物 (DMC) 催化制备聚醚多元醇前体，其中将先制备好的聚醚多元醇连同 DMC 催化剂一起放入反应器中并且连续加入 H-官能的起始剂物质和环氧丙烷；B) 在连续操作的反应器中，在 DMC 催化剂存在下，使得自阶段 A) 的聚醚多元醇前体与环氧丙烷或环氧乙烷/环氧丙烷混合物反应而得到聚醚多元醇中间体；C) 将得自阶段 B) 的中间体与作为催化剂的碱金属氢氧化物混合，和 D) 在连续操作反应器中与环氧乙烷反应而得到最终产物；E) 将催化剂从阶段 D) 中得到的最终产物中分离出来。

1.一种通过将烯化氧加成到H-官能的起始剂物质上制备具有环氧乙烷端部嵌段的聚醚多元醇的方法, 其中

A) 以半连续操作模式通过双金属氰化物DMC催化制备聚醚多元醇前体, 其中将先制备好的聚醚多元醇连同DMC催化剂一起放入反应器中并且连续加入H-官能的起始剂物质和环氧丙烷,

B) 在连续操作的反应器中, 在DMC催化剂存在下, 使得自阶段A)的聚醚多元醇前体与环氧丙烷或环氧乙烷/环氧丙烷混合物反应而得到聚醚多元醇中间体;

C) 将得自阶段B)的中间体与作为催化剂的碱金属氢氧化物混合, 和

D) 在连续操作反应器中与环氧乙烷反应而得到最终产物,

E) 将阶段C)中使用的催化剂从阶段D)得到的最终产物中分离出来。

2.根据权利要求1的方法, 其中在阶段A)制备的聚醚多元醇前体占最终产物摩尔质量的10%到80%。

3.根据权利要求1或2的方法, 其中在阶段A)制备的聚醚多元醇前体具有的OH值为50 mgKOH/g到400mgKOH/g。

4.根据权利要求1或2的方法, 其中在阶段B)制备的聚醚多元醇中间体占最终产物摩尔质量的50%到95%。

5.根据权利要求1或2的方法, 其中阶段B)在连续操作的搅拌釜反应器CSTR中进行。

6.根据权利要求1或2的方法, 其中阶段B)在具有内部热交换器管的连续操作喷射环流反应器中进行。

7.根据权利要求1或2的方法, 其中阶段B)在连续操作的完全填充的循环反应器中进行。

8.根据权利要求1或2的方法, 其中阶段C)中使用的催化剂选自KOH。

9.根据权利要求8的方法, 其中在阶段E)中通过将水加入到阶段D)所得的反应混合物中并在聚结器中进行相分离将该催化剂从最终产物中分

离出来。

10. 可由如权利要求 1 或 2 的方法得到的多元醇用于制备模塑软质泡沫的用途。

具有环氧乙烷端部嵌段的 反应性聚醚多元醇的制备方法

本发明涉及制备具有环氧乙烷端部嵌段的反应性聚醚多元醇的方法。

用于制备软质聚氨酯泡沫的多元醇分为块状软质泡沫用多元醇和模塑软质泡沫用多元醇。两类多元醇目前都使用KOH技术制备。在此方法中，将起始剂(通常是甘油或三羟甲基丙烷(TMP))加入反应容器中，然后加入KOH水溶液并将该混合物脱水。接着计量加入烯化氧。在块状软质泡沫用多元醇的情况下，通常引入环氧乙烷(EO)和环氧丙烷(PO)的混合物，其中EO含量为5%到20%。得到摩尔质量为2500g/mol到3500g/mol的无规共聚物。将这些产物用于例如制备泡沫垫。因为它们主要包含衍生自环氧丙烷的仲醇官能团，所以具有低的反应性。

相反，模塑软质泡沫多元醇通常是嵌段共聚物，其具有环氧丙烷或环氧乙烷与环氧丙烷无规混合物的内部嵌段以及环氧乙烷端部嵌段，其中该内部嵌段构成了分子量的主要部分。这些反应性多元醇主要具有衍生自环氧乙烷的伯醇官能团。在EO含量15%的情况下，伯OH基团的比例达到70%到90%。这类多元醇的摩尔质量为4000 g/mol到6000g/mol。

双金属氟化物配合物是用于通过烯化氧聚合制备聚醚多元醇的高效催化剂。该催化剂使制备具有窄分子量分布和非常低不饱和度(非常低的一元醇含量)的聚醚多元醇成为可能，甚至在高分子量的情况下也能如此。

在使用双金属氟化物(DMC)技术制备聚醚多元醇中，通常使用原料流方法制备前体。在此方法中，将环氧丙烷与甘油或另一种起始剂物质平行计量加入。联合引入环氧丙烷和起始剂物质防止该起始剂物质起催化剂毒物作用。此类方法在例如WO97/29146中进行了描述。

也可能使环氧乙烷和环氧丙烷的混合物在DMC催化剂上发生反应。在此，含多达20%环氧乙烷的混合物可以顺利地进行反应。然而，现有的DMC

催化剂不允许环氧乙烷单独反应，例如用来制备具有纯环氧乙烷端部嵌段的聚醚多元醇。尽管环氧乙烷发生反应，但是总是得到具有低含量伯OH基团的不纯产物。

因此，不可能直接使用DMC催化剂来制备具有环氧乙烷端部嵌段的聚醚多元醇。因此，制备EO端部嵌段聚醚多元醇的常用途径包括：其中制备聚环氧丙烷多元醇或无规EO-PO共聚物的DMC-催化的第一阶段和其中加入KOH并从而使DMC催化剂钝化的KOH催化的第二阶段。接着进行与纯环氧乙烷的反应。

EP-A 0 750 001公开了制备环氧乙烷端部嵌段聚醚多元醇的方法，其中将通过DMC催化制备并包含活性DMC催化剂的第一聚醚多元醇与通过碱催化制备并包含碱性催化剂的第二聚醚多元醇混合，并使该混合物与环氧乙烷反应而得到EO端部嵌段聚醚多元醇。例如，在起始剂物质DMC-催化丙氧基化之后，加入KOH-催化的碱性丙氧基化物并接着计量加入环氧乙烷。然而，这仅部分地利用了DMC-催化的丙氧基化的优点，例如低的不饱和度和高的反应速率，因为部分丙氧基化物是通过碱催化来制备的。

本发明的目的是提供一种方法，其进行起来简单并可以用来制备具有环氧乙烷端部嵌段的反应性聚醚多元醇。

此目的通过将烯化氧加成到H-官能的起始剂物质上制备具有环氧乙烷端部嵌段的聚醚多元醇的方法得以实现，其中

A) 以半连续操作模式通过双金属氰化物(DMC)催化制备聚醚多元醇前体，其中将先制备好的聚醚多元醇连同DMC催化剂一起放入反应器中并且连续地加入H-官能的起始剂物质和环氧丙烷，

B) 在连续操作的反应器中，在DMC催化剂存在下，使得自阶段A)的聚醚多元醇前体与环氧丙烷或环氧乙烷/环氧丙烷混合物反应而得到聚醚多元醇中间体，

C) 将来自阶段B)的中间体与作为催化剂的碱金属氢氧化物混合并除去反应的水，

D) 该中间体在连续操作的反应器中与环氧乙烷反应而得到最终产物，

E) 将催化剂从阶段D)中得到的最终产物中分离出来。

由于该连续程序仅需要小型设备,使得投资成本低于间歇法。这样制备的聚醚多元醇具有特别低比例的高分子量成分。另外,该连续程序确保高且恒定的产物质量。由于DMC催化,该聚醚多元醇前体和聚醚多元醇中间体具有高的官能度,该官能度与起始剂物质的官能度相当。

另外,本发明的方法确保高的安全度。在阶段D)的连续操作乙氧基化反应器中没有形成气相,使得排除了环氧乙烷的气相分解。在阶段A)和B)中使用DMC催化剂和在阶段D)中使用碱金属氢氧化物实现了高的反应速率。因此,稳态的烯化氧浓度低,从而确保整个设备的安全操作。

在阶段A)中,通过DMC催化以半连续操作模式制备聚醚多元醇前体。为此,将先制备好的聚醚多元醇前体放入反应器中。该聚醚多元醇前体可以经由常规方法使用KOH催化而制备。该聚醚多元醇前体可以源自先前的生产循环并且通过DMC催化而制备。一般而言,首先将阶段A)中所制备的5wt%到20wt%的聚醚多元醇前体放入反应器中。

聚醚多元醇前体通常具有50mgKOH/g到400mgKOH/g的OH值和500g/mol到3000g/mol的平均分子量。

适合的H-官能的起始剂物质是所有具有活性氢的化合物。根据本发明,优选OH-官能化合物作为起始剂化合物。

适合的起始剂化合物是例如以下化合物:水,有机二羧酸如琥珀酸、己二酸、邻苯二甲酸和对苯二甲酸,以及一元或多元醇如单乙二醇、1,2-和1,3-丙二醇、二甘醇、双丙甘醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、甘油、三羟甲基丙烷、季戊四醇、山梨醇和蔗糖。优选的H-官能起始剂化合物是水、单乙二醇、二甘醇、1,2-丙二醇、双丙甘醇、甘油、三羟甲基丙烷、三乙醇胺、季戊四醇、山梨醇和/或蔗糖,它们也可以作为混合物使用。

起始剂或起始剂混合物的平均官能度通常为2到4,优选为2.2到3.0。

优选的起始剂化合物是甘油。在本发明方法的一个变化方案中,使用甘油与选自山梨醇、双丙甘醇、丙二醇、乙二醇和二甘醇的共起始剂的混合物。

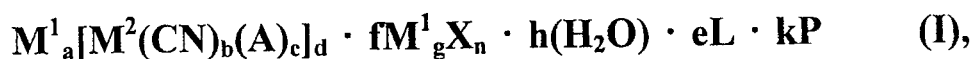
将H-官能的起始剂物质和环氧丙烷连续加入到聚醚多元醇前体和DMC催化剂的初始进料中。H-官能的起始剂物质和丙二醇可以作为混合物加入或经由单独的原料流加入。起始剂物质可以在加入环氧丙烷的整个过程中加入或者仅在该过程的部分时间内加入。例如，可能仅在加入环氧丙烷的开始时加入起始剂物质并且接着加入纯环氧丙烷。起始剂物质和环氧丙烷的加入时间通常为60到600分钟。

聚醚多元醇前体的制备可以在惰性溶剂中进行。适合的惰性溶剂是苯、甲苯、己烷、庚烷和辛烷。该制备通常在100到140℃的温度和2到10巴的绝对压力下进行。

得到的聚醚多元醇前体通常占最终产物摩尔质量的10%到80%、优选15%到60%。

原则上可能使用本领域技术人员已知的所有适合的化合物作为DMC化合物。

适合作为催化剂的DMC化合物在例如WO 99/16775、EP 862 947和DE 10 117 273.7中进行了描述。尤其适合于烷氧基化的催化剂是通式I的双金属氰化物：



其中

- M^1 是至少一种选自以下的金属离子： Zn^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{3+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Sn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Mo^{4+} 、 Mo^{6+} 、 Al^{3+} 、 V^{4+} 、 V^{5+} 、 Sr^{2+} 、 W^{4+} 、 W^{6+} 、 Cr^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Pd^{2+} 、 Pt^{2+} 、 V^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Cu^{2+} 、 La^{3+} 、 Ce^{3+} 、 Ce^{4+} 、 Eu^{3+} 、 Ti^{3+} 、 Ti^{4+} 、 Ag^+ 、 Rh^{2+} 、 Rh^{3+} 、 Ru^{2+} 、 Ru^{3+} ，

- M^2 是至少一种选自以下的金属离子： Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Co^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Mn^{3+} 、 V^{4+} 、 V^{5+} 、 Cr^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Rh^{3+} 、 Ru^{2+} 、 Ir^{3+} ，

- A和X各自彼此独立地是选自以下的阴离子：卤离子、氢氧根、硫酸根、碳酸根、氰离子、硫氰酸根、异氰酸根、氰酸根、羧酸根、草酸根、硝酸根、亚硝酸根(nitrosyl)、硫酸氢根、磷酸根、磷酸二氢根、磷酸氢根

和碳酸氢根,

- L是选自以下的水可混溶性配体: 醇, 醛, 酮, 醚, 聚醚, 酯, 聚酯, 聚碳酸酯, 脲, 酰胺, 伯、仲和叔胺, 具有吡啶氮的配体, 腈, 硫化物, 磷化物, 亚磷酸盐, 膦烷, 膦酸盐和磷酸盐,

- k是分数或者大于0的整数或等于0, 和

- P是有机添加剂,

- 对a、b、c、d、g和n进行选择使化合物(I)呈电中性, 其中c能够为0,

- 配体分子的配位数e是分数或大于0的整数或者是0,

- f、h和m各自彼此独立地是分数或大于0的整数或者是0.

可以提及的有机添加剂P是: 聚醚, 聚酯, 聚碳酸酯, 聚亚烷基二醇山梨聚糖酯, 聚亚烷基二醇缩水甘油醚, 聚丙烯酰胺, 聚(丙烯酸酰胺-共-丙烯酸), 聚丙烯酸, 聚(丙烯酸酰胺-共-马来酸), 聚丙烯腈, 聚丙烯酸烷基酯, 聚甲基丙烯酸烷基酯, 聚乙烯基甲基醚, 聚乙烯基乙基醚, 聚乙酸乙烯酯, 聚乙烯醇, 聚N-乙基吡咯烷酮, 聚(N-乙基吡咯烷酮-共-丙烯酸), 聚乙烯基甲基酮, 聚(4-乙基苯酚), 聚(丙烯酸-共-苯乙烯), 噁唑啉聚合物, 聚亚烷基亚胺, 马来酸和马来酸酐共聚物, 羟乙基纤维素, 聚乙酸酯, 离子表面活性和界面活性化合物, 胆汁酸或其盐、酯或酰胺, 多元醇和糖苷的羧酸酯。

这些催化剂可以是结晶的或无定形的。当k为0时, 优选结晶的双金属氰化物。当k大于0时, 同时优选结晶、部分结晶和明显无定形的催化剂。

在改性的催化剂之中, 存在各种优选的实施方案。其中k大于0的通式(I)的催化剂构成一个优选实施方案。因此优选的催化剂包含至少一种双金属氰化物、至少一种有机配体和至少一种有机添加剂P。

在另一个优选实施方案中, k为0, e也可以任选地为0且X仅为羧酸根, 优选甲酸根、乙酸根和丙酸根。此类催化剂在WO 99/16775中进行了描述。在这个实施方案中, 优选结晶的双金属氰化物催化剂。也优选WO 00/74845中所述的结晶的并为小板状的双金属氰化物催化剂。

改性的催化剂通过将金属盐溶液与氰基金属盐(cyanometalate)溶液结

合来制备, 该氰基金属盐溶液可以进一步任选地包含有机配体L和有机添加剂P。接着加入该有机配体和任选的有机添加剂。在该催化剂制备的一个优选实施方案中, 如PCT/EP01/01893中所述, 首先制备非活性双金属氰化物相, 接着通过重结晶将其转化成活性双金属氰化物相。

在该催化剂的另一个优选实施方案中, f、e和k不等于零。如WO 98/06312中所述, 这些催化剂是含水可混溶性有机配体(通常以0.5wt%到30wt%的量)和有机添加剂(通常以5wt%到80wt%的量)的双金属氰化物催化剂。如US 5,158,922中所述, 该催化剂可以在强烈搅拌(利用Turrax以24000rpm的转速)下或者在搅拌下制备。

用于烷氧基化的尤其有用的催化剂是含锌、钴或铁或其中两种的双金属氰化物。尤其适合的化合物的实例是柏林蓝。

优选使用结晶的DMC化合物。在一个优选实施方案中, 使用包含乙酸锌作为另一种金属盐组分的Zn-Co型结晶DMC化合物作为催化剂。此类化合物以单斜结构结晶并且具有小板状形态。此类化合物在例如WO 00/74845或PCT/EP01/01893中进行了描述。

适合作为催化剂的DMC化合物原则上可以通过本领域技术人员已知的所有方法来制备。例如, 可以通过直接沉淀、“初湿”法、先制备前体相并随后重结晶来制备DMC化合物。

DMC化合物可以用作粉末、糊料或悬浮液或者可以成型来制备成型体、引入到成型体、泡沫等之中或施涂到成型体、泡沫等上面。

用于烷氧基化的催化剂的浓度基于最终量通常少于2000ppm, 优选少于1000ppm, 尤其是少于500ppm, 尤其优选少于100ppm, 例如少于50ppm。

在阶段A)之后的阶段B)中, 在连续操作的反应器中, 在DMC催化剂存在下, 使该聚醚多元醇前体与环氧丙烷或环氧乙烷/环氧丙烷混合物反应而得到聚醚多元醇中间体。适合的连续操作反应器是例如连续操作的搅拌釜反应器(CSTR), 具有内部热交换器管的连续操作喷射环流反应器和连续操作的完全填充的循环反应器。

在本发明方法的一个变化方案中, 阶段B)在连续操作的搅拌釜反应器

中进行，例如如WO 98/03571中所述。

在本发明方法的另一个变化方案中，阶段B)在具有内部热交换器管的连续操作喷射环流反应器中进行。此类反应器在例如WO01/62826中进行了描述。

在本发明方法的另一个变化方案中，阶段B)在连续操作的完全填充的流管动中进行。此类反应器在例如DD 203 735中进行了描述。

烷氧基化通常在80到180℃的温度和1到20巴的绝对压力下进行。

阶段B)得到的聚醚多元醇中间体通常占最终产物摩尔质量的50%到95%，优选60%到90%。该聚醚多元醇中间体具有28 mgKOH/g到60 mgKOH/g的KOH值和3000 g/mol到6000 g/mol的平均分子量。

然后优选除去该聚醚多元醇中间体中的未反应烯化氧。为此，在一个或多个串联连接的脱气罐中在通常为100到150℃的温度和10到100毫巴的压力下进行脱气0.5到4小时。

接着将得自阶段B)的聚醚多元醇中间体与碱金属氢氧化物混合。优选的碱金属氢氧化物是KOH和NaOH，其中尤其优选NaOH。优选将碱金属氢氧化物作为碱金属氢氧化物水溶液引入。随该水溶液引入的水和来自醇盐形成的反应水通过蒸馏分离出来。此脱水步骤中的温度例如100到150℃，压力例如10到100毫巴。此脱水步骤优选将聚醚中间体的水含量降到少于0.02wt%。脱水在例如容器、塔或降膜蒸发器中进行。加入碱金属氢氧化物使DMC催化剂钝化。在先将DMC催化剂除去是不必要的。

在阶段D)中，聚醚多元醇中间体接着与环氧乙烷在连续操作的反应器中反应而形成最终产物。该反应优选在具有多个环氧乙烷引入点的管式反应器中进行。温度通常为100到180℃且压力通常为4到20巴。在乙氧基化中，聚醚多元醇中的环氧乙烷浓度优选为≤5wt%。环氧乙烷的分散引入确保聚醚多元醇中具有低的环氧乙烷浓度。另外，确保在引入点加热程度较低。适合的反应器是管式反应器或管壳式反应器。也可使用DE 100 54 462中所述的反应器。

在阶段E)中，将催化剂从阶段D)中得到的最终产物中分离出来。

为此,可能使用用于除去催化剂的所有已知方法,例如通过加入磷酸、盐酸或硫酸使催化剂结晶,在铝硅酸上吸附,或者例如如US 3,715,402中所述通过水洗方法。除去催化剂可以例如如US 4,482,750中所述进行。在此,将1到20wt%水和0到30wt%惰性有机溶剂加入到该碱性聚醚多元醇中。使所得的乳液在至少70℃下静置至少30分钟从而使得该乳液分离成有机相和水相。接着将水相从有机相中分离出来。优选通过其中不得到固体的方法进行催化剂去除。例如如DE-A 3 016 113中所述,可以使用溶剂和离心机来分离多元醇和水相的方法。由于在乙氧基化阶段D)中的连续操作模式,连续操作的方法也优选用于除去催化剂。在本发明方法的一个优选变化方案中,使用聚结器进行相分离。适合的方法在例如WO 96/20972、WO 01/14456和US 4,482,750中进行了描述。

可以在随后的除臭步骤中在减压、常压或超大气压下通过真空汽提、蒸汽或氮气汽提将多元醇相中的挥发性副产物除去。

根据本发明制备的多元醇尤其用于制备模塑软质泡沫。

本发明通过以下实施例来说明。

实施例1

通过KOH催化制备多元醇前体(“VP1485”)

将1.15kg甘油放入容量为28L的调压反应器中并加入0.0562kg固体KOH。在利用氮气使该反应器变得惰性之后,将反应混合物加热到120℃,在<10毫巴绝对压力下历经3小时蒸馏出反应水。通过输入N₂破坏真空并将反应器内压力调整到1巴的绝对压力。接着在120℃下历经4小时计量加入17.59kg PO。在加入结束之后,使该混合物进一步反应4小时直到反应器内的压力保持恒定。将5%的Macrosorb和2%的水(在每种情况下基于该反应混合物的质量)加入到该反应混合物中,将所得悬浮液在90℃下搅拌大约2小时。

接着在100℃和1毫巴绝对压力下蒸馏出水并将产物过滤以除去固体。该产物具有0.016wt%的水含量和112.6mgKOH/g的OH值。残留钾含量低于2ppm且酸值为0.002mgKOH/g。

实施例2

制备具有10wt%环氧乙烷端部嵌段的聚醚三醇

多元醇前体的制备

将0.0625kg如EP-B 0 862 947的实施例1所述制备的DMC催化剂作为水分滤饼加入到25kg得自实施例1的聚醚多元醇前体中。接着在减压下干燥该混合物以将水含量降低到低于250ppm的值。接着历经4小时同时计量加入13.88kg甘油和211.13kg PO。反应器温度为130℃。这样得到OH值为114.2mgKOH/g的产物。该产物在下文中将称为“VP1485”。

多元醇前体的连续丙氧基化

将500ml VP1485装入体积为1.25L的连续操作搅拌釜反应器(CSTR)中。该CSTR在2巴绝对压力和130℃下操作，且停留时间为60分钟。通过位于不同高度的两个温度传感器监测填充水平。从上面将一个ATR-IR传感器插入该反应器中以监测PO浓度。将VP1485计量加入该反应器中。在达到1L的填充水平之后，另外计量加入PO并开启反应器出口。通过齿轮泵计量加入VP1485 (0.3kg/h)和PO (0.699kg/h)。将产物输送到间歇操作的第一脱气罐中，并在130℃和10毫巴绝对压力下脱气。在12小时之后，将10L产物输送到第二脱气罐并且在130℃和10毫巴绝对压力下进一步脱气约1小时。这样得到OH值为34.2mgKOH/g和摩尔质量为4950g/mol的中间体。

多元醇中间体的乙氧基化

将20kg该中间体放入25L的反应器中，与0.092kg浓度为48wt%的溶液形式的KOH混合并在120℃和10毫巴绝对压力下通过蒸馏除去反应水。接着将该脱水碱性中间体乙氧基化。

乙氧基化反应器包括25m长的不锈钢管，该不锈钢管具有3mm内径，绕成螺旋状并且浸在含有50℃水的滚筒中。在90℃下通过齿轮泵将碱性产物加入盘管中。在进料点下游大约10cm处有第一EO引入点，并且在该进料点下游大约5m处设置第二EO引入点。该反应器在大约20巴的绝对压力下操作。以1kg/h计量加入中间体。在反应器充满之后，在两个EO引入点的每一点以50g/h计量加入EO。在盘管末端，在包括两个脱气罐的上述脱

气系统中对产物进行脱气。

催化剂去除

接着通过以下方式除去催化剂：将3wt%的水和5wt%的得自Crosfield, Eijden, Holland的Ambosol Macrosorb MP-5⁺加入到搅拌容器中的产物中，搅拌该混合物1小时并在100℃和10毫巴绝对压力下蒸馏出水。通过Seitz深床过滤器将固体分离出来。

所得最终产物具有31.1mgKOH/g的OH值，且该产物的多分散指数 M_w/M_n 为1.32。通过NMR测定，该产物的伯OH基团含量为69mol%。

实施例3

制备具有5wt%环氧乙烷端部嵌段的聚醚三醇

通过类似于实施例2的方法进行该制备。用VP1485作为原料。然而，提高PO在多元醇前体连续丙氧基化中的比例以得到更高的丙氧基化度。向CSTR中计量加入VP1485 (0.285kg/h)和PO (0.715kg/h)。停留时间、反应温度和压力保持恒定。在脱气之后，得到OH值为32.0mgKOH/g的中间体。此中间体的摩尔质量为5260g/mol。

如实施例2将该中间体乙氧基化，但是仅在管式反应器上的第一引入点以50g/h计量加入环氧乙烷。

同样地如实施例2中所述进行后处理。

这样得到OH值为30.72mgKOH/g的产物。伯OH基团含量为43%。