

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B01J 27/26

C08G 18/48 B01J 31/02



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 99809235.5

[45] 授权公告日 2003 年 12 月 3 日

[11] 授权公告号 CN 1129477C

[22] 申请日 1999.7.20 [21] 申请号 99809235.5

[30] 优先权

[32] 1998. 7. 31 [33] DE [31] 19834573.9

[86] 国际申请 PCT/EP99/05150 1999.7.20

[87] 国际公布 WO00/07721 德 2000.2.17

[85] 进入国家阶段日期 2001.1.31

[71] 专利权人 拜尔公司

地址 德国莱沃库森

[72] 发明人 P·欧姆斯 J·霍夫曼

P·古普塔 W·谢菲尔

审查员 许俊

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 温宏艳 邵红

权利要求书 1 页 说明书 10 页

[54] 发明名称 制备聚醚多元醇用的双金属氰化物
催化剂

[57] 摘要

本发明涉及一种用于由烯化氧加聚到含氢原子的起始剂化合物上来制备聚醚多元醇的新的双金属氰化物催化剂。该催化剂含有 a) 双金属氰化物型化合物, b) 除 c) 以外的有机配合物配体, c) 在催化剂中引入缩水甘油基醚而得到的配合物配体。这些催化剂在聚醚多元醇的制备中表现出显著增强的活性。

ISSN 1008-4274

1. 一种双金属氰化物 (DMC) 催化剂, 该催化剂含有:

a) 一种或多种双金属氰化物化合物, 其含量为最终催化剂的量的 20-90wt.%,

5 b) 除 c) 外的一种或多种有机配合物配体, 其含量为最终催化剂的量的 0.5-30wt.%, 和

c) 由缩水甘油基醚引入到催化剂中所形成的一种或多种配合物配体, 其含量为最终催化剂的量的 5-80wt.%,

10 并且所述催化剂不包括包含聚亚烷基二醇缩水甘油醚配体的双金属氰化物催化剂。

2. 权利要求 1 所述的 DMC 催化剂, 该催化剂另外含有 d) 水和/或 e) 水溶性金属盐。

3. 权利要求 1 所述的 DMC 催化剂, 其中双金属氰化物化合物为六氰合钴 (III) 酸锌。

15 4. 权利要求 1 所述的 DMC 催化剂, 其中有机配合物配体为叔丁醇。

5. 权利要求 1 所述的 DMC 催化剂, 其中催化剂中含有 10-60wt.% 的由缩水甘油基醚引入到催化剂中所形成的配合物配体。

20 6. 权利要求 1 所述的 DMC 催化剂, 其中缩水甘油基醚是从脂族醇衍生而来。

7. 权利要求 1 至 6 中任一项的 DMC 催化剂的制备方法, 包括以下各步:

i) 下列物质在水溶液中进行反应:

α) 金属盐与金属氰化物盐,

25 β) 除缩水甘油基醚外的有机配合物配体, 和

γ) 除聚亚烷基二醇缩水甘油醚以外的缩水甘油基醚,

ii) 对步骤 i) 中获取的催化剂进行分离、洗涤和干燥。

30 8. 在权利要求 1 至 6 中任一项的一种或多种 DMC 催化剂存在下, 由烯化氧加聚到含活性氢原子的起始剂化合物上制备聚醚多元醇的方法。

9. 权利要求 1 至 6 中任一项的一种或多种 DMC 催化剂用于由烯化氧加聚到含活性氢原子的起始剂化合物上制备聚醚多元醇的用途。

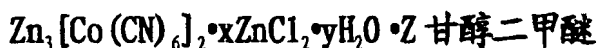
制备聚醚多元醇用的双金属氰化物催化剂

技术领域

- 5 本发明涉及一种用于由烯化氧加聚到含活性氢原子的起始剂化合物上来制备聚醚多元醇的新的双金属氰化物(DMC)催化剂。

背景技术

- 用于将烯化氧加聚到含活性氢原子的起始剂化合物上的双金属氰化物(DMC)催化剂是已知的(例如,参见US3404109, US3829505, US3941849 和
10 US5158922)。制备聚醚多元醇使用的这些DMC催化剂尤其导致含末端双键的单官能聚醚即所谓一元醇的比例的下降,与使用碱金属催化剂如碱金属氢氧化物制备聚醚多元醇的常规方法相比而言。制得的聚醚多元醇可以加工成高质量的聚氨酯(如弹性体,泡沫体,涂料)。DMC催化剂一般是在有机配合物配体如醚存在下,通过金属盐的水溶液与金属氰化物盐的水溶液反应获得。例如,在一种典型的
15 的催化剂制备中,将氯化锌(过量)水溶液和六氰合钴酸(hexacyanocobaltate)钾的水溶液相混合,随后向形成的悬浮液中加入二甲氧基乙烷(甘醇二甲醚)。对含甘醇二甲醚水溶液的催化剂进行过滤、洗涤后,即可制得通式为:



的活性催化剂(例如参见EP700949)。

- 20 从JP4145123, US5470813, EP700949, EP743093, EP761708 和 W097/40086 中可以了解DMC催化剂,由于使用叔丁醇作为有机配合物配体(单独或与聚醚一起使用(EP700949, EP761708, W097/40086)),使得在聚醚多元醇制备中含末端双键的单官能聚醚的比例进一步下降。而且,这些DMC催化剂的使用缩短了烯化氧和合适起始剂化合物的加聚反应中的诱导时间,增强了催化剂活性。优选是
25 使用叔丁醇和聚亚烷基二醇(如聚亚丙基二醇)的配体结合物。

发明内容

- 本发明的目的是为了获得一种用于将烯化氧加聚到合适起始剂化合物上的进一步改进的DMC催化剂,使之比目前已知的催化剂更具增加的催化活性。由于缩短了烷氧基化时间,从经济方面考虑也是改进了制备聚醚多元醇的方法。理想
30 地,由于催化剂具有增强的活性,其能够以很低浓度(25 ppm 或更低)使用,以致再无需进行非常昂贵的将催化剂从产物中分离的过程,而可以直接将产物用于聚氨酯的制备。

现在还惊奇地发现，含有由缩水甘油基醚引入到催化剂中所形成的配合物配体的 DMC 催化剂在聚醚多元醇制备中具有大大提高的活性。

因此，本发明提供一种双金属氰化物（DMC）催化剂，该催化剂含有：

- a) 一种或多种，优选一种，双金属氰化物化合物；
- b) 一种或多种，优选一种，除 c) 以外的有机配合物配体；和
- c) 一种或多种，优选一种，由缩水甘油基醚引入到催化剂中所形成的配合物配体。

10 本发明的催化剂可任选地含有 d) 水，优选 1-10 wt. %，和/或 e) 一种或多种来自双金属氰化物化合物 a) 的制备中的式 (I) $M(X)_n$ 的水溶性金属盐，优选 5-25 wt%。在式 (I) 中，M 选自金属 Zn(II)，Fe(II)，Ni(II)，Mn(II)，Co(II)，Sn(II)，Pb(II)，Fe(III)，Mo(IV)，Mo(VI)，Al(III)，V(V)，V(IV)，Sr(II)，W(IV)，W(VI)，Cu
15 (II) 和 Cr(III)。尤其优选是 Zn(II)，Fe(II)，Co(II) 和 Ni(II)。取代基 X 可相同或不同，优选相同，并代表阴离子。X 优选自卤素、氢氧根、硫酸根、碳酸根、氰酸根、硫氰酸根、异氰酸根、异硫氰酸根、羧酸根、草酸根和硝酸根基团。n 的值为 1，2 或 3。

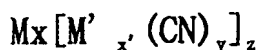
20 本发明催化剂中所含有的双金属氰化物化合物 a) 是水溶性金属盐和水溶性金属氰化物盐的反应产物。

适合制备双金属氰化物化合物 a) 的水溶性金属盐优选具有通式 (I) $M(X)_n$ ，其中，M 选自金属 Zn(II)，Fe(II)，Ni(II)，Mn(II)，Co(II)，Sn(II)，Pb(II)，Fe(III)，Mo(IV)，Mo(VI)，Al(III)，V(V)，V(IV)，Sr(II)，W(IV)，W(VI)，Cu(II) 和 Cr(III)。优选是 Zn
25 (II)，Fe(II)，Co(II) 和 Ni(II)。取代基 X 可相同或不同，优选相同，并代表阴离子，X 优选自卤素、氢氧根、硫酸根、碳酸根、氰酸根、硫氰酸根、异氰酸根、异硫氰酸根、羧酸根、草酸根和硝酸根基团。n 的值为 1，2 或 3。

30 适合的水溶性金属盐的例子是氯化锌、溴化锌、乙酸锌、乙酰丙酮酸锌、苯甲酸锌、硝酸锌、硫酸铁(II)、溴化铁(II)、氯化铁(II)、氯化钴(II)，硫氰酸钴(II)，氯化镍(II) 和硝酸镍(II)。也可使用各种水溶性金属盐的混合物。

适合制备双金属氰化物化合物 a) 的水溶性金属氰化物盐优选具有通式 (II) $(Y)_a M' (CN)_b (A)_c$, 其中, M' 选自金属 Fe(II), Fe(III), Co(II), Co(III), Cr(II), Cr(III), Mn(II), Mn(III), Ir(III), Ni(II), Rh(III), Ru(II), V(IV) 和 V(V). M' 特别地选自金属 Co(II), Co(III), Fe(II), Fe(III), Cr(III), Ir(III) 和 Ni(II). 水溶性金属氰化物盐中可含有这些金属中的一种或多种. 取代基 Y 可相同或不同, 优选相同, 并代表碱金属离子或碱土金属离子. 取代基 A 可相同或不同, 优选相同, 并代表选自卤素, 氢氧根, 硫酸根, 碳酸根, 氰酸根, 硫氰酸根, 异氰酸根, 异硫氰酸根, 羧酸根, 草酸根和硝酸根的阴离子. a、b 和 c 为整数, 其值的选择使金属氰化物盐为电中性; a 优选为 1, 2, 3 或 4; b 优选为 4, 5 或 6; c 优选为 0. 适合的水溶性金属氰化物盐的例子为六氰合钴(III)酸钾, 六氰合铁(II)酸钾, 六氰合铁(III)酸钾, 六氰合钴(III)酸钙和六氰合钴(III)酸锂.

本发明催化剂中含有的双金属氰化物化合物 a) 优选是通式 (III) 的化合物,



这里 M 如式 (I) 中所定义, M' 如式 (II) 中所定义, x, x' , y 和 z 是整数, 其值的选取使双金属氰化物化合物呈电中性.

优选地,

x=3, $x'=1$, y=6 和 z=2,

M=Zn(II), Fe(II), Co(II) 或 Ni(II); 和

M' =Co(III), Fe(III), Cr(III) 或 Ir(III).

适合的双金属氰化物化合物 (a) 的实例为六氰合钴(III)酸锌, 六氰合钴(II)酸锌, 六氰合铁(III)酸锌和六氰合钴(III)酸钴(II), 合适的双金属氰化物化合物的其它实例可以在例如 US5158922 中找到(第 8 栏, 第 29-66 行). 优选使用六氰合钴(III)酸锌.

本发明 DMC 催化剂中的有机配合物配体 b) 原则上是已知的并在先有技术中被详细描述(例如 US5158922, 特别是第 6 栏, 第 9-65 行; US3404109, US3829505, US3941849, EP700949, EP761708, JP4145123, US5470813, EP743093 和 W097/40086). 优选的有机配合物配体是含有杂原子如氧、氮、磷或硫的水溶性有机化合物, 它能和双金属氰化物化合物 a) 形成配合物. 适合的有机配合物配体是例如醇、醛、酮、醚、

酯、酰胺、脲、腈、硫化物及其混合物。优选的有机配合物配体为水溶性脂族醇，如乙醇，异丙醇，正丁醇，异丁醇，仲丁醇和叔丁醇。叔丁醇尤为优选。

在催化剂制备过程中加入或在双金属氯化物化合物 a) 沉淀后立即加入有机配合物配体。有机配合物配体通常过量使用。

本发明 DMC 催化剂中双金属氯化物化合物 a) 的含量为最终催化剂的量的 20-90wt. %，优选为 25-80wt. %；有机配合物配体 b) 的含量为最终催化剂的量的 0.5-30wt. %，优选为 1-25wt. %；本发明 DMC 催化剂中通常含有 5-80wt. %，优选 10-60wt. % 的通过向催化剂中引入缩水甘油基醚所形成的配合物配体 c)，基于最终催化剂的量。

例如单体的或聚合的（至少有两个单体单元）脂族、芳族或芳基脂族单、二、三、四或多官能化醇的缩水甘油基醚，都适合用于本发明催化剂的制备。

优选是单、二、三、四或多官能团脂肪醇，如丁醇，己醇，辛醇，癸醇，十二醇，十四醇，乙二醇，1,2-丙二醇，1,3-丙二醇，1,4-丁二醇，2,2-二甲基-1,3-丙二醇，1,2,3-丙三醇，1,6-己二醇，1,1,1-三（羟甲基）乙烷，1,1,1-三（羟甲基）丙烷，四（羟甲基）甲烷，山梨醇，聚乙二醇和聚丙二醇的缩水甘油基醚，它们是适合的单、二、三和四以及多醚。

特别优选使用丁醇、己醇、辛醇、癸醇、十二醇、十四醇、乙二醇或 1,4-丁二醇以及优选具有 2-1000 个单体单元的聚合度的聚丙二醇或聚乙二醇的单或二-缩水甘油基醚。

也可以使用上述缩水甘油基醚的任何所需混合物。

缩水甘油基醚一般是通过单、二、三、四或多官能化醇与表氯醇在 Lewis 酸如四氯化锡或三氯化硼存在下反应生成相应氯代醇，然后用碱（如氢氧化钠）脱去卤化氢获得的。

制备缩水甘油基醚的方法通常是已知的并已被详细地描述在例如“Kirk-Othmer，化学技术大全”，第 9 卷，第 4 版，1994 年，第 P739 和“Ullman-工业化学大全”第 A9 卷，第 5 版，Weinheim/New York，1987 年，p. 552。用于制备本发明催化剂的缩水甘油基醚以某种形式在最终催化剂中存在，可以是其最初使用的形式，也可以是化学变化后如水解后的形式。

催化剂组成的分析一般通过元素分析和热重分析或用萃取法除去由缩水甘油基醚引入到催化剂中所形成的配合物配体, 随后重量分析测定来进行。

5 本发明催化剂可以为结晶体、部分结晶体或无定形体。结晶度的分析通常由粉末 X-射线衍射法来进行。

优选的本发明催化剂包含:

- a) 六氟合钴(III)酸锌
- b) 叔丁醇, 和
- c) 丁醇、己醇、辛醇、癸醇、十二醇、十四醇、乙二醇, 1, 4-
10 丁二醇, 聚丙二醇或聚乙二醇的单或双-缩水甘油基醚。

本发明 DMC 催化剂的制备通常在水溶液中由 α) 金属盐(尤其具有式(I))与金属氟化物盐(尤其具有式(II)); β) 除缩水甘油基醚以外的有机配合物配体 b), 和 γ) 缩水甘油基醚反应来进行。

15 在制备中, 首先优选让金属盐(如, 化学计量过量使用的氯化锌(至少占金属氟化物盐的 50mol.%)) 和金属氟化物盐(如六氟合钴酸钾)的水溶液在有机配合物配体 b)(如叔丁醇)存在下进行反应, 形成含双金属氟化物化合物 a)(如六氟合钴酸锌)、水 d)、过量金属盐 e) 和有机配合物配体 b) 的悬浮液。

20 有机配合物配体 b) 可存在于金属盐水溶液和/或金属氟化物盐水溶液中, 或者在双金属氟化物化合物 a) 沉淀后向获得的悬浮液中直接加入。已证明在剧烈搅拌将水溶液和有机配合物配体 b) 混合有好处。形成的悬浮液通常用缩水甘油基醚处理。缩水甘油基醚优选在水和有机配合物配体 b) 的混和物中使用。

25 催化剂以已知技术如离心法或过滤法从悬浮液中分离。在较优的变型中, 分离后的催化剂用有机配合物配体 b) 的水溶液洗涤(例如使它重新悬浮, 然后再用过滤或离心法分离)。用这种方法, 有可能将水溶性副产物如氯化钾从本发明催化剂中除去。

30 水洗溶液中有有机配合物配体 b) 的量优选是基于总溶液的 40-80wt.%。而且, 向水洗溶液中加入少量缩水甘油基醚也有好处, 优选以基于总溶液的 0.5-5wt.% 的用量范围。

也比较理想的是洗涤催化剂一次以上。为此, 例如可以重复第一次洗涤的步骤。不过, 再洗涤的步骤中使用非水溶液如有机配合物配体和

缩水甘油基醚的混合物是有利的。

洗涤后的催化剂，任选被破碎，通常在 20 - 100℃ 和 0.1mbar 至正常压力 (1013mbar) 下干燥。

本发明还涉及本发明的 DMC 催化剂在烯化氧加聚到含活性氢原子的
5 起始剂化合物上制备聚醚多元醇方法中的使用。

使用的烯化氧优选为环氧乙烷，环氧丙烷，环氧丁烷及其混合物。
例如，由烷氧基化反应合成聚醚链的方法可以用仅一种单体环氧化物或
用 2 或 3 种不同单体环氧化物以无规或嵌段方式进行。细节参见
“Ullmanns 工业化学大全”，英文版，1992，Vol.A21，P670 - 671。

10 作为含活性氢原子的起始剂化合物优选使用分子量 18 - 2000、含 1 - 8 个羟基的化合物。可以举出的例子为：1, 2 - 乙二醇，二甘醇，三甘醇，1, 2 - 丙二醇，1, 4 - 丁二醇，1, 6 - 己二醇，双酚 A，三羟甲基丙烷，丙三醇，季戊四醇，山梨醇，蔗糖，分解淀粉或水。

有利地，使用的含活性氢原子的起始剂化合物是采用惯常的碱催化
15 剂从上述低分子量起始剂制得的那些并且是分子量为 200 - 2000 的低聚烷氧基化产物。

本发明催化剂催化的由烯化氧加聚到含活性氢原子的起始剂化合物
上的加聚反应一般在 20 - 200℃，优选 40 - 180℃，特别地在 50 - 150℃
进行。反应时总压力为 0 - 20bar。加聚反应可以没有溶剂或在惰性有
20 机溶剂如甲苯和/或 THF 中进行。溶剂的量通常占要制备的聚醚多元醇
量的 10 - 30wt.%。

催化剂浓度的选择应使得在给定反应条件下可以很好地控制加聚反
应。催化剂的浓度一般占要制备聚醚多元醇量的 0.0005wt% - 1wt%，优
选 0.001wt% - 0.1wt%，特别地 0.001 - 0.0025wt%。

25 用本发明方法制备的聚醚多元醇的分子量范围为 500 - 100000g/mol，优选范围 1000 - 50000g/mol，最佳范围为 2000 - 20000g/mol。

加聚反应可连续或非连续进行，例如可使用间歇法或半间歇法。

使用本发明的 DMC 催化剂，与使用目前已知的含叔丁醇和聚亚烷基
30 二醇为配体的 DMC 催化剂相比，一般可以缩短制备聚醚多元醇的烷氧基
化时间达 70 - 75%。聚醚多元醇制备中烷氧基化时间的缩短，使该方法
在经济方面也有所改进。

由于本发明催化剂的活性显著提高, 所以其能够以非常低的浓度(要制备的聚醚多元醇的 25ppm 及以下)使用。如果使用本发明催化剂存在下制备的聚醚多元醇用于制备聚氨酯(Kunststoffhand buch, vol.7, 聚氨酯, 第3版, 1993年, P25-32和57-67), 则有可能省去从聚醚多元醇中去除催化剂这一过程, 却不会对最终产品聚氨酯的产品质量有不利影响。

下面给出本发明的实施例来说明本发明, 但本发明不限于这些实施例。

具体实施方式

实施例

10 催化剂的制备

实施例 1

使用数均分子量为 640 的聚丙二醇二缩水甘油基醚制备 DMC 催化剂(催化剂 A)。

在剧烈搅拌(24, 000rpm)下将 12.5g(91.5mmol)氯化锌在 20ml 蒸馏水中的溶液加入到 4g(12mmol)六氟合钴酸钾和 70ml 蒸馏水的溶液中。然后立即将 50g 叔丁醇和 50g 蒸馏水的混合物加入到所形成的悬浮液中, 并剧烈搅拌 10 分钟(24, 000rpm)。然后加入 1g 数均分子量为 640 的聚丙二醇二(2, 3-环氧丙基醚)(Aldrich)、1g 叔丁醇和 100g 蒸馏水组成的混合物, 搅拌 3 分钟(1000rpm)。过滤分离固体物质后, 搅拌 10 分钟(10000rpm)并同时加入 70g 叔丁醇、30g 蒸馏水和 1g 上述聚丙二醇二(2, 3-环氧丙基醚)的混合物, 然后过滤。最后, 将混合物再搅拌 10 分钟(10000rpm)并同时加入 100g 叔丁醇和 0.5g 上述聚丙二醇二(2, 3-环氧丙基醚)的混合物。过滤后, 将催化剂在 50℃和正常压力下干燥直至恒重。

25 得到干燥的粉末状催化剂: 8.70g。

元素分析, 热重分析和萃取:

钴 = 8.7%, 锌 = 20.2%, 叔丁醇 = 4.2%, 聚丙二醇二缩水甘油基醚配体 = 30.5%。

实施例 2

30 使用数均分子量为 380 的聚丙二醇二缩水甘油基醚制备 DMC 催化剂(催化剂 B)。

步骤与实施例 1 中相同, 但使用数均分子量 380 的聚丙二醇二(2,

3-环氧丙基醚)(Aldrich)代替实施例 1 中的聚丙二醇二(2, 3-环氧丙基醚)作为缩水甘油基醚。

得到干燥的粉末状催化剂: 6.40g.

元素分析, 热重分析和萃取:

5 钴 = 9.1%, 锌 = 22.1%, 叔丁醇 = 2.2%, 聚丙二醇二缩水甘油基醚
配体 = 37.8%.

实施例 3

使用数均分子量为 3350 的聚乙二醇二缩水甘油基醚制备 DMC 催化剂 (催化剂 C).

10 步骤同实施例 1, 但使用数均分子量为 3350 的聚(氧化乙烯)二(缩水甘油基醚)(Sigma)代替实施例 1 中的聚丙二醇二(2, 3-环氧丙基醚)作为缩水甘油基醚。

得到干燥的粉末状催化剂: 5.60 g

元素分析, 热重分析和萃取:

15 钴 = 7.7%, 锌 = 17.6%, 叔丁醇 = 10.0%, 聚乙二醇二缩水甘油基醚
配体 = 35.6%.

实施例 4(对比实施例)

使用数均分子量 420 的聚丙二醇制备 DMC 催化剂 (催化剂 D, 根据 W097/40086 合成)

20 在剧烈搅拌 (24000 rpm) 下将 12.5g (91.5 mmol) 氯化锌在 20ml 蒸馏水中的溶液加入到 4g (12 mmol) 六氟合钴酸钾和 70ml 蒸馏水的溶液中。随后立即将 50g 叔丁醇和 50g 蒸馏水的混合物加入到所形成的悬浮液中, 剧烈搅拌 10 分钟 (24000 rpm)。然后加入 1g 数均分子量为 420 的聚丙二醇、1g 叔丁醇和 100g 蒸馏水的混合物, 搅拌 3 分钟 (1000 rpm)。
25 将固体物质过滤分离后, 搅拌 10 分钟 (10000 rpm), 同时加入 70g 叔丁醇、30g 蒸馏水和 1g 上述聚丙二醇的混合物, 然后再次过滤。最后将混合物再搅拌 10 分钟 (10000 rpm) 并同时加入 100g 叔丁醇和 0.5g 上述聚丙二醇的混合物。过滤后, 把催化剂在 50℃ 和正常压力下干燥直至恒重。

30 得到干燥的粉末状催化剂: 5.7g

元素分析, 热重分析和萃取:

钴 = 10.1%, 锌 = 23.0%, 叔丁醇 = 6.3%, 聚丙二醇 = 33.3%.

聚醚多元醇的制备

一般步骤

在保护气体（氢气）中和在搅拌下将 50g 聚丙二醇起始剂（分子量=1000 g/mol）和 3mg 催化剂（占要制备的聚醚多元醇量的 15 ppm）置于 500ml 压力反应器中并加热至 105℃。然后单批计量供给环氧丙烷（约 5g）直至总压力升到 2.5bar。不需再计量供给环氧丙烷，除非观察到反应器中加速的压力下降。加速的压力下降表明催化剂已被活化（诱导时间结束）。余下的环氧丙烷（145g）在恒定总压 2.5bar 下连续计量供给。当环氧丙烷计量供给结束时并随后在 105℃下反应 2 个小时后，在 90℃（1mbar）下蒸馏出挥发性部分，并经冷却至室温。

所获得的聚醚多元醇用 OH 值，双键含量及粘度表征。

反应的进程通过时间 - 转化率曲线（环氧丙烷消耗量[g]对反应时间[分]）监控。诱导时间由时间 - 转化率曲线最高点（steepest point）的切线与曲线的延伸基线的交叉点来测定。丙氧基化时间对催化剂活性具有决定性作用，其对应于催化剂活化（诱导时间结束）与环氧丙烷计量供应结束之间的这段时间。

实施例 5

用催化剂 A（15ppm）制备聚醚多元醇

丙氧基化时间：160 分

聚醚多元醇	OH 值 (mg KOH/g) :	30.0
	双键含量 (mmol/kg) :	7
	粘度 25℃ (mPas) :	897

实施例 6

用催化剂 B（15ppm）制备聚醚多元醇

丙氧基化时间：190 分

聚醚多元醇	OH 值 (mg KOH/g) :	29.6
	双键含量 (mmol/Kg) :	9
	粘度 25℃ (mPas) :	954

实施例 7

用催化剂 C（15ppm）制备聚醚多元醇

5

丙氧基化时间		185 分
聚醚多元醇	OH 值 (mg KOH/g) :	30.4
	双键含量 (mmol/Kg) :	8
	粘度 25℃ (mPas) :	839

实施例 8 (对比实施例)

用催化剂 D (15ppm) 制备聚醚多元醇

10

丙氧基化时间		650 分
聚醚多元醇	OH 值 (mg KOH/g) :	29.0
	双键含量 (mmol/kg):	8
	粘度 25℃ (mPas):	967