



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102604070 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 05

(21) 申请号 201210054008. 7

US 20080171829 A1, 2008. 07. 17,

(22) 申请日 2012. 03. 02

CN 101721945 A, 2010. 06. 09,

US 20100168367 A1, 2010. 06. 01,

(73) 专利权人 衢州学院

地址 324000 浙江省衢州市九华北大道 78
号衢州学院

审查员 项睿

(72) 发明人 施正杭 苏国栋 吕延文

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公
司 33201

代理人 黄美娟 王兵

(51) Int. Cl.

C08G 65/26 (2006. 01)

C08G 77/46 (2006. 01)

C08G 18/50 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5175327 A, 1992. 12. 29,

US 20020151619 A1, 2002. 10. 17,

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种聚醚多元醇阻燃剂的合成方法

(57) 摘要

本发明公开了一种聚醚多元醇阻燃剂的合成方法:水与甲基聚倍半硅氧烷按质量比为 1 ~ 8 : 1 投入反应釜中,加入催化剂的水溶液,搅拌均匀后,在氮气保护下,加入环氧烷烃 A,在 90 ~ 130℃下机械搅拌熟化 30min ~ 120min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份,再加入环氧烷烃 B,在 90 ~ 130℃下机械搅拌熟化 30min ~ 90min,减压脱除未反应的环氧烷烃单体,然后加酸中和,加入抗氧化剂,搅拌均匀得到所述聚醚多元醇阻燃剂。本发明的合成方法工艺条件合理,所用的原料廉价易得,操作简单安全;生产成本低,三废少,具有较大的实施价值和社会经济效益。

1. 一种聚醚多元醇阻燃剂的合成方法,其特征在于所述的方法为:水与甲基聚倍半硅氧烷按质量比为 1~8:1 投入反应釜中,加入催化剂的水溶液,搅拌均匀后,在氮气保护下,加入环氧烷烃 A,在 90~130℃下搅拌熟化 30min~120min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份,再加入环氧烷烃 B,在 90~130℃下搅拌熟化 30min~90min,减压脱除未反应的环氧烷烃单体,然后加酸中和,调 pH 值为 6.5-7.5,加入下列试剂之一:2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚、二苯胺、对苯二胺、二氢喹啉、二甲基环己胺、2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)硫醚、四(β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸)季戊四醇酯,搅拌均匀得到所述聚醚多元醇阻燃剂;

所述催化剂为下列一种或是两种以上任意比例的组合:氢氧化钾、氢氧化钠、乙醇钠、乙醇钾、甲醇钠、甲醇钾、叔丁醇钠或叔丁醇钾;

所述的环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 相同,为下列之一:环氧乙烷、环氧丙烷、1,2-环氧丁烷、1,2-环氧己烷、1,2-环氧辛烷;所述环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 的总的质量与甲基聚倍半硅氧烷的质量之比为 4~8:1;

所述甲基聚倍半硅氧烷按以下方法制备得到:甲苯、一甲基三氯硅烷、三乙胺混合后降温至 -18~-16℃,在干燥条件下,将对苯二胺溶于四氢呋喃的溶液滴入烧瓶,在 -12~-10℃下搅拌反应 8~15 小时,然后将反应混合物冷却到 -18~-16℃,将水溶于四氢呋喃中,滴入反应混合物中,再在室温下搅拌反应 8~15 小时,有盐沉淀,过滤,取滤液用水洗涤,直到中性,分去水层,取有机层用无水硫酸钠干燥后蒸除回收溶剂,制得甲基聚倍半硅氧烷。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述催化剂与甲基聚倍半硅氧烷的投料质量之比为 0.05-0.2:1。

3. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述催化剂的水溶液中,催化剂的质量百分分数为 40-50%。

4. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述的酸为下列之一:盐酸、硫酸、硝酸、磷酸。

5. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述的试剂的用量为甲基聚倍半硅氧烷的质量的 5~8%。

6. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述环氧烷烃 A 的质量用量占总的环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 的总质量的 20~80%。

7. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述的方法按照以下步骤进行:水与甲基聚倍半硅氧烷按质量比为 2~4:1 投入反应釜中,投入的质量百分分数 40%的氢氧化钾水溶液或氢氧化钠水溶液,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入环氧丙烷 A,在 105~120℃下机械搅拌熟化 45min~90min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份,再加入环氧丙烷 B,在 110~120℃下机械搅拌熟化 60min~90min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体,然后加盐酸中和、调 pH 值为 7,加入 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到聚醚多元醇阻燃剂,所述氢氧化钾或氢氧化钠的质量、环氧丙烷 A 和环氧丙烷 B 的总的质量、甲基聚倍半硅氧烷的质量之比为 0.05~0.2:4~8:1;所述的 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚的用量为甲基聚倍半硅氧烷的质量的 5~8%。

一种聚醚多元醇阻燃剂的合成方法

一、技术领域

[0001] 本发明设计一种有机硅副产物合成 GY-100 聚醚多元醇阻燃剂的化学合成方法

二、技术背景

[0002] 不含卤型阻燃高分子是目前阻燃高分子的发展方向,硅阻燃剂是一种新型高效、低毒、对环境友好的无卤阻燃剂,也是一种成碳型抑烟剂,各种倍半硅氧烷杂化高分子构成了是此类的阻燃剂中的一大类。有机硅能改善基材的加工性能、耐热性能等,在寻求环保、安全阻燃剂的形势下硅阻燃剂作为一种无卤阻燃剂,有效克服了卤系阻燃剂的缺点,引起了人们的高度关注。聚倍半硅氧烷与环氧丙烷直接反应合成聚醚多元醇阻燃剂,继而和异氰酸酯发泡形成硬泡聚氨酯,甲基聚倍半硅氧烷阻燃剂作为反应物添加至建筑材料中,大大增强阻燃剂的稳定性,可承受日晒雨淋的考验。

三、发明内容

[0003] 本发明要解决的问题是提供一种以有机硅产业的副产物—甲基三氯硅烷合成的甲基聚倍半硅氧烷与环氧烷烃直接反应生成聚醚多元醇阻燃剂的工艺,具有简单、安全性好、反应收率高、基本无三废的特点。

[0004] 本发明采用的技术发明方案如下:

[0005] 水与甲基聚倍半硅氧烷按质量比为 1 ~ 8 : 1 投入反应釜中,加入催化剂的水溶液,搅拌均匀后,在氮气保护下,加入环氧烷烃 A,在 90 ~ 130℃ (优选 105 ~ 120℃) 下搅拌熟化 30min ~ 120min (优选 45min ~ 90min),减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份,再加入环氧烷烃 B,在 90 ~ 130℃ (优选 110 ~ 120℃) 下搅拌熟化 30min ~ 90min (优选 60min ~ 90min),减压脱除未反应的环氧烷烃单体,然后加酸中和,调 pH 值为 6.5 ~ 7.5、加入抗氧化剂,搅拌均匀得到所述聚醚多元醇阻燃剂。

[0006] 所得产品可采用高氯酸催化法来测定聚醚多元醇阻燃剂的羟值,HC-2 氧指数测定仪测定制备的聚醚多元醇阻燃剂的氧指数。

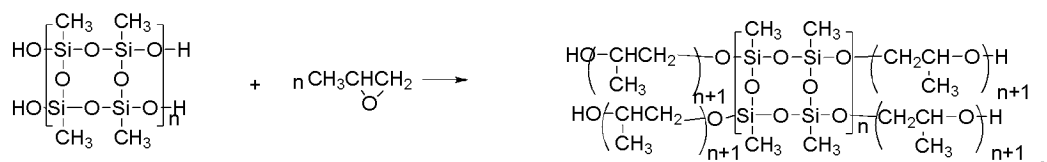
[0007] 所述催化剂为下列一种或是两种以上任意比例的组合:氢氧化钾、氢氧化钠、乙醇钠、乙醇钾、甲醇钠、甲醇钾、叔丁醇钠或叔丁醇钾,优选氢氧化钾或氢氧化钠;

[0008] 所述的环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 相同,为下列之一:环氧乙烷、环氧丙烷、环氧氯丙烷、1,2-环氧丁烷、1,2-环氧己烷、1,2-环氧辛烷,优选环氧丙烷;

[0009] 所述环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 的总的质量与甲基聚倍半硅氧烷的质量比为 4 ~ 8 : 1。

[0010] 所述反应的反应式如下:

[0011]



[0012] 本发明所述催化剂与甲基聚倍半硅氧烷的投料物的质量比为 0.05-0.2 : 1。

[0013] 所述催化剂的水溶液中,催化剂的质量百分分数为 40 ~ 50.0%,优选 40%。

[0014] 本发明所述加酸中和中,所述的酸为下列之一:盐酸、硫酸、硝酸、磷酸,优选盐酸或磷酸,最优选盐酸。

[0015] 本发明所述的抗氧化剂为下列之一:2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚、二苯胺、对苯二胺、二氢喹啉、二甲基环己胺、2,6-三级丁基-4-甲基苯酚、双(3,5-三级丁基-4-羟基苯基)硫醚、四(β-(3,5-三级丁基-4-羟基苯基)丙酸)季戊四醇酯,优选 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚或二甲基环己胺,最优选 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚。

[0016] 所述的抗氧化剂的用量通常为甲基聚倍半硅氧烷的质量的 5 ~ 8%。

[0017] 本发明所述环氧烷烃 A 与环氧烷烃 B 是用以区分不同操作步骤中的环氧烷烃,不代表其他特别的含义,环氧烷烃 A 的质量用量通常占总的环氧烷烃 A 和环氧烷烃 B 的总质量的 20 ~ 80%,优选 25% ~ 75%。

[0018] 推荐所述水的用量为甲基聚倍半硅氧烷质量的 1 ~ 8 倍,优选 2 ~ 4 倍。

[0019] 本发明所述甲基聚倍半硅氧烷可按以下方法制备得到:甲苯、一甲基三氯硅烷、三乙胺混合后降温至 -18 ~ -16℃,在干燥条件下,将对苯二胺溶于四氢呋喃的溶液滴入烧瓶,在 -12 ~ -10℃ 下搅拌反应 8 ~ 15 小时,然后将反应混合物冷却到 -18 ~ -16℃,将水溶于四氢呋喃中,滴入反应混合物中,再在室温下搅拌反应 8 ~ 15 小时,有盐沉淀,过滤,取滤液用水洗涤,直到中性,分去水层,取有机层用无水硫酸钠干燥后蒸除回收溶剂,制得甲基聚倍半硅氧烷;

[0020] 所述一甲基三氯硅烷、三乙胺、对苯二胺、水的物质的量之比为 1 : 2 ~ 3 : 0.5 ~ 1.2 ~ 2。

[0021] 所述甲苯的体积用量通常以一甲基三氯硅烷的质量计为 5 ~ 16mL/g。

[0022] 更具体的,优选本发明所述的方法按照以下步骤进行:水与甲基聚倍半硅氧烷按质量比为 2 ~ 4 : 1 投入反应釜中,投入的质量百分分数 40% 的氢氧化钾水溶液或氢氧化钠水溶液,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入环氧丙烷 A,在 105 ~ 120℃ 下机械搅拌熟化 45min ~ 90min,减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份,再加入环氧丙烷 B,在 110 ~ 120℃ 下机械搅拌熟化 60min ~ 90min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体,然后加盐酸中和、调 pH 值为 7,加入抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到聚醚多元醇阻燃剂,所述氢氧化钾或氢氧化钠的质量、环氧丙烷 A 和环氧丙烷 B 的总质量、甲基聚倍半硅氧烷的质量之比为 0.05 ~ 0.2 : 4 ~ 8 : 1;所述的抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚的用量为甲基聚倍半硅氧烷的质量的 5 ~ 8%。

[0023] 与现有技术相比,本发明反应温度比较温和、反应时间短,同时反应的产率比较高,工艺简单合理,安全性高,所用的原料廉价易得,操作简单安全;生产成本低,三废少,是一条具有工业化前景的聚醚多元醇阻燃剂的合成路线,具有较大的实施价值和社会经济效益。

四、具体实施方式:

[0024] 下面以具体实施例来对本发明做进一步说明,但本发明的保护范围不限于此。

[0025] 实施例中的甲基聚倍半硅氧烷为自制,制备方法如下:

[0026] 在三颈圆底烧瓶中加入 750 毫升甲苯, 80.8 毫升 (74.7 克, 0.5 摩尔) 一甲基三氯硅烷, 139 毫升三乙胺 (101 克, 1 摩尔)。烧瓶用冷冻循环盐水浴冷却至 -18°C , 在干燥条件下, 将 27 克 (0.25 摩尔) 的对苯二胺溶解于 750 毫升的四氢呋喃 (THF) 中在 6-7 小时内滴入烧瓶。在 -10°C 下搅拌过夜。接下来, 将混合物冷却到 -16°C , 将 14mL 水 (0.78mol) 溶于 550mL 四氢呋喃中在 5-6 小时内滴入烧瓶, 反应混合物在室温下搅拌过夜。有盐沉淀, 过滤, 滤液用清水洗净, 直到中性, 分去水层, 取有机层用无水硫酸钠干燥后蒸除回收溶剂, 得 52 克无色粘稠液体状甲基聚倍半硅氧烷 (收率 72.4%)。

[0027] 实施例 1

[0028] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 40.0g 水投入反应釜中, 加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g, 机械搅拌均匀后, 在氮气保护下, 加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的沸点在 100°C 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕, 加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和, 调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚, 机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。采用高氯酸催化法测定羟值为 267mgKOH/g, HC-2 氧指数测定仪测定氧指数为 27%, 收率为 84%。

[0029] 实施例 2

[0030] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中, 加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钠水溶液 5.0g, 机械搅拌均匀后, 在氮气保护下, 加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的沸点在 100°C 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和, 调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚, 机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 272mgKOH/g, 氧指数为 26.8%, 收率为 85.2%。

[0031] 实施例 3

[0032] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 80.0g 水投入反应釜中, 加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钠水溶液 5.0g, 机械搅拌均匀后, 在氮气保护下, 加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的沸点在 100°C 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕, 加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和, 调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚, 机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 268mgKOH/g, 氧指数为 27.4%, 收率为 86.7%。

[0033] 实施例 4

[0034] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中, 加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 2.5g, 机械搅拌均匀后, 在氮气保护下, 加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压脱除未反应的沸点在 100°C 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷, 在 110°C 下机械搅拌熟化 60min, 减压, 脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕, 加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和, 调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚, 机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 254mgKOH/g, 氧指数为 25.8%, 收率为 84.2%。

[0035] 实施例 5

[0036] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 10.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压,脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 267mgKOH/g,氧指数为 27%,收率为 85.8%。

[0037] 实施例 6

[0038] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 40g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 40g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压,脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 274mgKOH/g,氧指数为 28%,收率为 85.6%。

[0039] 实施例 7

[0040] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 60g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化,60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 60g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压,脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 282mgKOH/g,氧指数为 27.3%,收率为 83.8%。

[0041] 实施例 8

[0042] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 70g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 70g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 268mgKOH/g,氧指数为 27%,收率为 85.4%。

[0043] 实施例 9

[0044] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 80g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 80g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 256mgKOH/g,

氧指数为 26.3%，收率为 85.2%。

[0045] 实施例 10

[0046] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中，加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g，机械搅拌均匀后，在氮气保护下，加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压，脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕，加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和，调 pH 值为 7、加入 1.0g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚，机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 264mgKOH/g，氧指数为 26.7%，收率为 84.4%。

[0047] 实施例 11

[0048] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中，加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g，机械搅拌均匀后，在氮气保护下，加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕，加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和，调 pH 值为 7、加入 1.4g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚，机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 267mgKOH/g，氧指数为 27.3%，收率为 86.4%。

[0049] 实施例 12

[0050] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中，加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g，机械搅拌均匀后，在氮气保护下，加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕，加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和，调 pH 值为 7、加入 1.6g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚，机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 273mgKOH/g，氧指数为 28.1%，收率为 87.2%。

[0051] 实施例 13

[0052] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中，加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g，机械搅拌均匀后，在氮气保护下，加入 50.0g 环氧丙烷，在 90℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕，加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和，调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚，机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 289mgKOH/g，氧指数为 26.3%，收率为 83.4%。

[0053] 实施例 14

[0054] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中，加入预先配置好的质量分数为 40% 的氢氧化钾水溶液 5.0g，机械搅拌均匀后，在氮气保护下，加入 50.0g 环氧丙烷，在 100℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的沸点在 100℃ 以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷，在 110℃ 下机械搅拌熟化 60min，减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕，加质量分数为 15% 浓度的盐酸中和，调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,

6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 287mgKOH/g,氧指数为 26.5%,收率为 84.0%。

[0055] 实施例 15

[0056] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 120℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 279mgKOH/g,氧指数为 26.0%,收率为 87.1%。

[0057] 实施例 16

[0058] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 90℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 284mgKOH/g,氧指数为 27.2%,收率为 84.2%。

[0059] 实施例 17

[0060] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 120℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 272mgKOH/g,氧指数为 27.5%,收率为 87.2%。

[0061] 实施例 17

[0062] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 130℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲胺基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 268mgKOH/g,氧指数为 26.8%,收率为 86.4%。

[0063] 实施例 18

[0064] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 30min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷

单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 283mgKOH/g,氧指数为 25.7%,收率为 83.7%。

[0065] 实施例 19

[0066] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 120min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 279mgKOH/g,氧指数为 27.5%,收率为 86.7%。

[0067] 实施例 20

[0068] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 30min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加质量分数为 15%浓度的盐酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂 2,4,6-三(二甲氨基甲基)苯酚,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 284mgKOH/g,氧指数为 26.8%,收率为 84.5%。

[0069] 实施例 21

[0070] 在室温下称取 20.0g 甲基聚倍半硅氧烷和 60.0g 水投入反应釜中,加入预先配置好的质量分数为 40%的氢氧化钾水溶液 5.0g,机械搅拌均匀后,在氮气保护下,加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 60min,减压脱除未反应的沸点在 100℃以下的成份。然后再加入 50.0g 环氧丙烷,在 110℃下机械搅拌熟化 90min,减压脱除未反应的环氧丙烷单体。反应完毕,加磷酸中和,调 pH 值为 7、加入 1.2g 抗氧化剂二甲基环己胺,机械搅拌均匀得到淡黄色聚醚多元醇阻燃剂产品。羟值为 268mgKOH/g,氧指数为 27.3%,收率为 87.8%。