[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
C07C275/60

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 01125564.1

[45] 授权公告日 2005 年 6 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 1204117C

[22] 申请日 2001.8.13 [21] 申请号 01125564.1

[30] 优先权

[32] 2000.8.16 [33] DE [31] 10039837.5

[71] 专利权人 比克化学股份有限公司

地址 联邦德国韦瑟尔

[72] 发明人 K·豪本尼斯特 U·奥尔斯
A·沃克 H·霍尔特坎普
C·布赫曼

审查员 白 帆

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 吴大建 郜 红

权利要求书 2 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 制备广相容性、储存稳定、流变性活化的脲氨基甲酸酯溶液的方法

[57] 摘要

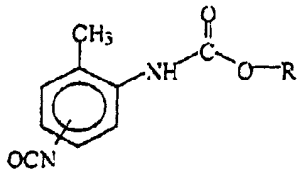
本发明涉及一种制备包含脲氨基甲酸酯且是有效作为触变剂的溶液的方法，其包含使至少二种结构上不同的单羟基化合物与过量的甲苯二异氰酸酯反应而形成单异氰酸酯加合物，移除甲苯二异氰酸酯的未反应部分，以及于锂盐存在的非质子溶剂中使所得的单异氰酸酯加合物与二胺反应而形成脲氨基甲酸酯。 本发明还涉及此溶液容纳触变性涂覆组合物的用途。

ISSN1008-4274

知识产权出版社出版

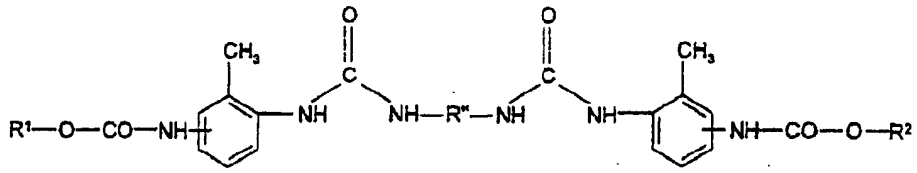
1.一种制备包含脲氨基甲酸酯且是有效作为触变剂的溶液的方法，其包含使通式结构为 R-OH 的单羟基化合物与 1.5 至 5 倍过量的甲苯二异氰酸酯反应，其中，R 表示具有 4 至 22 个碳原子的正烷基或异烷基、具有 3 至 18 个碳原子的链烯基、环烷基、芳烷基或化学式为 $C_mH_{2m+1}(O-C_nH_{2n})_x$、$C_mH_{2m+1}(OOC-C_vH_{2v})_x$、或 $Z-C_6H_4(O-C_nH_{2n})_x$ 的基团，其中 m 是 1－22，n 是 2－4，x 是 1－15，v 是 4 或 5，且 Z 是具有 1 至 12 个碳原子的烷基，自反应混合物移除该甲苯二异氰酸酯的未反应部分，及于锂盐存在的非质子溶剂中使形成的下式（I）的单异氰酸酯加合物

(I)

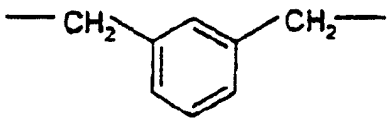


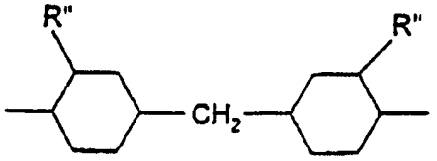
与化学式为 $H_2N-R'-NH_2$ 的二胺或其混合物反应而产生下式（II）的脲氨基甲酸酯，

(II)



其中 R'是$-C_oH_{2o}-$，其中 o 是 2-12、$-(C_pH_{2p}-O-C_pH_{2p})_q$，其中 p=2-4 且 q=1-10，





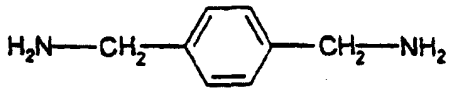
其中 R"=CH_3 或 H，或



其特征在于为制备该脲氨基甲酸酯，至少二种于其醇组分上不同的结

构不同的单异氰酸酯加合物与该二胺反应。

2.权利要求 1 的方法，其特征在于二胺是全部或部分以如下化学式的对-苯二甲胺替代



。

3.权利要求 1 或 2 的方法，其特征在于首先，至少二种结构上不同的醇 R-OH 被混合，然后，该混合物与 1.5 至 5 倍过量的甲苯二异氰酸酯反应，该甲苯二异氰酸酯的未反应部分自该反应混合物移除，及形成的该结构不同的单异氰酸酯加合物的混合物是于锂盐存在的非质子溶剂中与二胺反应而产生脲氨基甲酸酯。

4.权利要求 1 或 2 的方法，其特征在于首先，至少二种结构上不同的醇 R-OH 彼此独立地与 1.5 至 5 倍过量的甲苯二异氰酸酯反应，该甲苯二异氰酸酯的未反应部分自该反应混合物移除，及得到的该结构不同的单异氰酸酯加合物彼此混合，且得到的结构不同的单异氰酸酯加合物的混合物是于锂盐存在的非质子溶剂中与二胺反应而产生脲氨基甲酸酯。

5.权利要求 1 的方法，其特征在于该结构上不同的单异氰酸酯加合物的混合物中的单异氰酸酯加合物的摩尔分数是 20 至 80%之间，该单异氰酸酯加合物的摩尔分数总和是 100%。

6.权利要求 1 的方法，其特征在于具有 5 至 80 重量%的固体含量的溶液被制备。

7.权利要求 1 的方法，其特征在于该甲苯二异氰酸酯的摩尔过量是 2 至 4。

8.权利要求 1 的方法，其特征在于具有 50－100 重量%的 2,4-异构体的二异氰酸甲苯酯异构体混合物被使用。

9.权利要求 1 的方法，其特征在于以二胺的当量为基准计的 0.2 至 2 摩尔的锂化合物被使用。

10.权利要求 1 的方法，其特征在于 $LiNO_3$ 被用作锂盐。

11.由权利要求 1 的方法制备的溶液容纳触变性涂覆组合物的用途。

制备广相容性、储存稳定、流变性活化的脲氨基甲酸酯溶液的方法

技术领域

本发明涉及一种制备包含脲氨基甲酸酯且是有效作为触变剂的溶液的方法，其是包含使单羟基化合物与过量的甲苯二异氰酸酯反应，自反应混合物移除甲苯二异氰酸酯的未反应部分，以及于锂盐存在的非质子溶剂中使形成的单异氰酸酯加合物进一步与二胺反应以产生脲氨基甲酸酯。本发明还涉及此溶液容纳触变涂覆组合物的用途。

背景技术

为控制液态涂覆体系的流变性，主要的有机改性皂土、硅石、氢化蓖麻油及聚酰胺蜡被使用。这些物质的缺点是其大部分是干燥固体，其需使用溶剂及剪切力而呈半完成产品的形式，及于小心温度控制下被加入液态涂覆体系内。观察这些温度的失败会造成完成的涂覆体系结晶，其会导致涂覆物中的损失。

这些现今使用的流变辅助剂的一般缺点是其导致清澈透明涂覆物中的混浊及雾度。另外，处理干燥粉状产品会于处理期间产生灰尘，这是不期望的。

用于流变性控制的不同溶液已描述于欧洲专利申请 EP－A－0 198 519 号案。其中，异氰酸酯是于形成膜的树脂溶液存在中与胺反应而产生脲，其形成非细微分散形式的针状结晶。因而改性的形成膜的粘合剂是作为流变性控制的固体且是防流淌粘合剂，其是称为流淌控制剂。这些产品的缺点是其总是粘合至于其间被制造的粘合剂，且其不可能于其后普遍地修改完成的涂覆组合物。

欧洲专利 EP－B－0 006 252 号案描述一种除去某些上述缺点的制备触变剂的方法，其描述脲氨基甲酸酯是藉由于锂盐存在的非质子溶剂中使异氰酸酯加合物与聚胺反应而制得。但，因而制得的产物具有二个显著缺点。第一，这些触变剂的特性在于由于制备方法而产生的不明确结构。虽然单异氰酸酯加合物被描述，但实际产物事实上不是单加合物，由实施例清楚显示，而是不同加合物的混合物。于所述方法中，1 摩尔的二异氰酸酯与 1 摩尔的单醇反应。藉由此方法，所需

的 NCO－官能性的单加合物被部分形成，但亦形成非－NCO－官能性的二加合物，其于其后的于氯化锂存在中与聚胺反应期间会导致脲氨基甲酸酯的未受控制的链延伸及导致聚合物脲。然后，这些产物易展现沉淀现象，且是格外难以保持于溶液中．藉由此方法制得的触变剂的进一步缺点可由总是仅具相同结构的单异氰酸酯加合物与二胺反应的事实而认知。此首先导致所用涂覆体系的受限制的相容性（其是于凝胶结构中显示），或严重的混浊性，及其次的较差的流变功效。

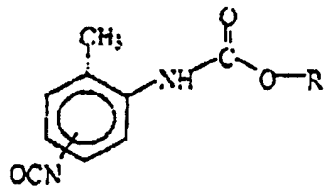
发明内容

因此，本发明的目的是发现触变剂，其一方面具有明确结构，且因而能使藉此制得的溶剂具有相对较高的储存稳定性（达数个月），且另一方面，其特征在于粘合剂中的相对较广泛的相容性，藉此，能可信赖地使用这些产物。这在现代涂覆体系（其是相对较具极性的配方，诸如，水性涂覆材料或，例如，高固体体系）中是特别令人感兴趣。

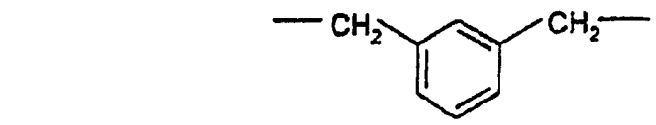
惊人地，发现此目的可于最初藉由至少二结构上不同的单异氰酸酯加合物（其醇组分是不同的）与二胺反应而产生脲氨基甲酸酯的特殊型式的方法达成。

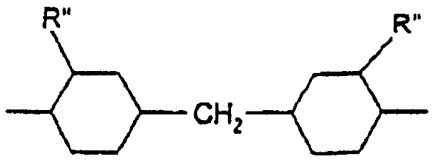
本发明因此是提供一种方法，其中，至少二结构不同的通式结构为 R－OH 的单羟基化合物（其中，R 表示具有 4 至 22 个碳原子的正烷基或异烷基、具有 3 至 18 个碳原子的链烯基、环烷基、芳烷基或化学式为 $C_mH_{2m+1}(O\text{-}C_nH_{2n})_x$、$C_mH_{2m+1}(OOC\text{-}C_vH_{2v})_x$ 或 $Z\text{-}C_6H_4(O\text{-}C_nH_{2n})_x$ 的基团，其中 m 是 1－22，n 是 2－4，x 是 1－15，v 是 4 或 5，且 z 是具有 1 至 12 个碳原子的烷基）与 1.5 至 5 倍过量的甲苯二异氰酸酯反应而产生通式结构（I）的单异氰酸酯加合物

(I)



且甲苯二异氰酸酯的未反应部分自反应混合物除去，且形成的单异氰酸酯加合物是于锂盐存在的非质子溶剂中与化学式为 $H_2N\text{-}R'\text{-}NH_2$ 的二胺反应，其中 R'是 $-C_oH_{2o}-$，其中 o 是 2-12、$(C_pH_{2p}\text{-}O\text{-}C_pH_{2p})_q$，其中 p=2-4 且 q=1-10，



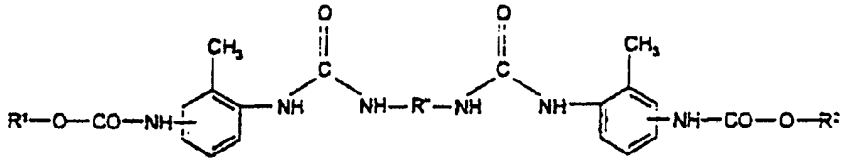


其中R"=CH_3或H，或



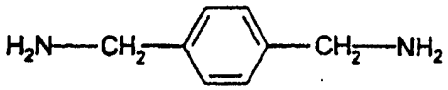
产生通式（II）的脲加合物

(II)



其中R^1及R^2基团满足R基团的条件。

本发明方法中，上述的二胺可全部或部分以如下化学式的对-苯二甲胺取代。



。

藉由本发明方法，包含脲氨基甲酸酯且作为触变剂的具有活性的溶液主要是可藉由二不同路径获得:

a) 一方面，其可先混合至少二结构不同的醇 R－OH，然后，使此混合物与 1.5-至 5－倍过量的甲苯二异氰酸酯反应。甲苯二异氰酸酯的未反应部分其后是依据已知工艺于温和条件下自反应混合物移除，且形成的结构不同的单异氰酸酯加合物的混合物是于锂盐存在的非质子溶剂中与二胺反应而产生通式（II）的脲氨基甲酸酯。

b) 另一方面，其可先使至少二结构不同的醇 R-OH 彼此独立地与 1.5-至 5-倍过量的甲苯二异氰酸酯反应。甲苯二异氰酸酯的未反应部分是依据已知工艺于温和条件下自个别的反应混合物移除，且得到的结构不同的单异氰酸酯加合物彼此混合。得到的结构不同的单异氰酸酯加合物的混合物是于锂盐存在的非质子溶剂中与二胺反应而产生通式（II）的脲氨基甲酸酯。

结构不同的单异氰酸酯加合物的混合物中的各个 单异氰酸酯加合物的摩尔分数是20至80%之间，优选是35至65%之间，特别优选是45至55%之间，单异氰酸酯的摩尔分数总和是100%．甲苯二异氰酸酯的摩尔过量优选是1.5至5.0摩尔，特别优选是2.0至4.0摩尔。

如此制得的脲氨基甲酸酯溶液的固体含量是5至80%，优选是20至60%，特别优选是25至50%．单异氰酸酯加合物混合物与二胺的反应是于极性的非质子溶剂中发生，诸如，二甲基磺氧化物、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、N－甲基吡咯烷酮、N－丁基吡咯烷酮或可相比拟的烷基吡咯烷酮或其混合物。

锂化合物的分率是0.2至2摩尔，特别是0.5至1.5摩尔，特别优选是0.75至1.25摩尔的锂，其是以所用二胺的胺当量为基准计算。

特别有利者是使用 $LiNO_3$，而非 LiCl，因为氯化物离子在涂覆体系中具有不利作用，且其促进触变涂覆体系欲涂覆的金属基材的腐蚀。

用以制备单异氰酸酯加合物的醇 R-OH 优选是包含线性或分支的一级醇，其可为饱和或未饱和，诸如，正－丁醇、2－乙基己醇、异十三醇、C_{10}至C_{20}的链长度的格尔伯特（guerbet）醇、油醇、亚油基醇、月桂基醇、硬脂基醇，但，环脂族醇（诸如，环己醇或其烷基取代的衍生物）及另外的芳族取代的烷醇（诸如，苯甲基醇）亦适合。

特别适于调整极性者是上述醇的烷氧化衍生物，在这种情况中，较低级的醇（诸如，甲醇或烯丙基醇）亦可被作为烷氧化反应的起始组分。如此制得的产物优选是于链中包含环氧乙烷和/或环氧丙烷单元，且可包含交替式或嵌段式的这些单元。对于烷氧化反应，其亦可能使用芳族醇（诸如，酚或烷基酚）作为起始组分。

为调整本发明的脲氨基甲酸酯对现代粘合剂体系的相容性，其亦可能，例如，内酯（诸如，ε－己内酯）与，例如，上述醇或醇烷氧化物的加成反应，或藉由使用羟基官能性的（甲基）丙烯酸酯使酯基或聚酯基加入醇组分内。

被用以形成单异氰酸酯加合物的二异氰酸酯实质上是包含已知且惯例的异构体分布的甲苯二异氰酸酯－于过量分数的二异氰酸酯的蒸馏期间，异构体比例会产生位移，如此，比一般商业上可获得者更高比例的2,6-甲苯二异氰酸酯亦可被形成。这些蒸馏物可再次被用于制

备进一步的单加合物。优选是具有 50 至 100% 的 2,4-异构体分数的甲苯二异氰酸酯的异构体。

化学式为 $H_2N-R'-NH_2$ 的二胺实质上是包含 C_2 至 C_{12} 链长度的线性二胺，其可为直链或分支，诸如，1,3 - 丙二胺、六亚甲基二胺、八亚甲基二胺、二氨基十二烷或新戊烷二胺。相似适当者是环状二胺，诸如，4,4'-二氨基二环己基甲烷或 3,3' - 二甲基-4,4'-二氨基二环己基甲烷。特别优选者是芳族 - 脂族二胺，诸如，间 - 苯二甲胺或对 - 苯二甲胺。二胺亦可以混合物使用，以便形成脲，因为藉此方式，溶液内的脲氨基甲酸酯的结晶化趋势被降低。

藉由本发明方法制得的脲氨基甲酸酯不含有自由的异氰酸酯，亦不含有自由的胺基。因此，它是生理学上可接受的。再者，其无与粘合剂或填料的不利的副反应。以此方式制备的脲氨基甲酸酯溶液的储存稳定性是格外高，且于一般储存温度下是 6 个月或更久。再者，脲氨基甲酸酯溶液于粘合剂中拥有广泛的相容性，因此，容许触变剂的可信赖的使用。

本发明另外提供使用藉由本发明方法制备的脲氨基甲酸酯溶液使涂覆组合物具有触变性。此涂覆组合物优选是包含水性、以溶剂为媒介、无溶剂的涂覆材料、PVC 增塑溶胶、以环氧为主的涂覆物，及以不饱和聚酯树脂为主者。

本发明的方法的主要特征是藉由下列操作实施例说明。

实施例

依据 EP - B - 0 006 252 的比较例（非本发明）

1 摩尔（174 克）的甲苯二异氰酸酯（65%，2,4-异构体，下文中称为 T65）被注入反应容器，1 摩尔的甲氧基聚乙二醇（平均 MW: 350 克/摩尔）被缓慢滴入添加并搅拌，且反应依据已知方法完成。于反应期间，温度是保持低于 40℃。因而制得的异氰酸酯加合物仍具有 6.3 % 的自由 TDI 含量；总 NCO 含量是 8.05%。此反应混合物被添加至 0.5 摩尔的苯二甲胺（68 克）及 0.75 摩尔的 LiCl（以胺当量为基准）的于 N-甲基吡咯烷酮（NMP）内而成的溶液。SC 是 50%。反应是放热的。起始澄清的产物于储存 2 个月后易形成凝胶。

单加合物的制备（本发明）

实施例 1 - 7:

实施例 1:

0.5 摩尔（37 克）的正丁醇于 30℃时于 2 小时期间被添加至 1.25 摩尔（217.5 克）的甲苯二异氰酸酯（80%，2,4-异构体，下文中称为 T80）中。温度保持低于 45℃。添加结束后，搅拌持续 2 小时，至达到 33.0%的理论 NCO 含量为止。过量的异氰酸酯藉由 150 至 170℃的真空（0.1 毫巴）蒸馏而移除。NCO 含量是 16.9%，自由 TDI 含量<0.5%。

实施例 2:

0.25 摩尔（53 克）的丁基三甘醇于室温时于 2 小时期间被添加至 0.625 摩尔（108.75 克）的甲苯二异氰酸酯（T65）中。温度保持低于 45℃。添加结束后，搅拌持续 2.5 小时，至达到 25.8%的理论 NCO 含量为止。过量的异氰酸酯藉由 150 至 170℃的真空（0.1 毫巴）蒸馏而移除。NCO 含量是 10.9%，自由 TDI 含量<0.5%。

实施例 3:

0.25 摩尔(50 克)的异十三醇于 40℃时于 2 小期间被添加至 0.75 摩尔（130.5 克）的甲苯二异氰酸酯（T65）中。温度保持低于 60℃。添加结束后，搅拌持续 2 小时，至达到 29.1%的理论 NCO 含量为止。过量的异氰酸酯藉由 150 至 170℃的真空(0.1 毫巴)蒸馏而移除。NCO 含量是 11.3%，自由 TDI 含量<0.5%。

实施例 4:

0.25 摩尔（18 克）的丁醇于 160℃时与 0.5 摩尔（57 克）的己内酯及 0.1%（0.075 克）的 DBTL 反应 6 小时，然后冷却至 50℃。因而制得的羟基酯(BuCP2)(羟基数 186)于 40℃时于 2 小时期间被计量加至 0.75 摩尔（130.5 克）的甲苯二异氰酸酯内。温度保持低于 60℃。添加结束后，搅拌持续 2 小时，至达到 26.2%的理论 NCO 含量为止。过量的异氰酸酯藉由 150 至 170℃的真空(0.1 毫巴)蒸馏而移除。NCO 含量是 9.2%，自由 TDI 含量<0.5%。

实施例 5:

0.2 摩尔（70 克）的甲氧基聚乙二醇 350 于 50℃时于 2 小时期间被添加至 0.6 摩尔（104.4 克）的甲苯二异氰酸酯（T80）中。温度保持于 50℃与 55℃之间。添加结束后，搅拌持续 3 小时，至达到 24.1%的理论 NCO 含量为止。过量的异氰酸酯藉由 150 至 170℃的真空（0.1

毫巴）蒸馏而移除。NCO含量是8.0%，自由TDI含量<0.5%。

实施例6:

0.2摩尔（100克）的甲氧基聚乙二醇500于50℃时于2小时期间被添加至0.6摩尔（104.4克）的甲苯二异氰酸酯（T80）中。温度保持于50℃与55℃之间。添加结束后，搅拌持续3小时，至达到20.5%的理论NCO含量为止。过量的异氰酸酯藉由150至170℃的真空(0.1毫巴）蒸馏而移除。NCO含量是6.2%，自由TDI含量<0.5%。

实施例7:

0.2摩尔（100克）的甲氧基聚乙二醇500及0.2摩尔（70克）的甲氧基聚乙二醇350的混合物于50℃时于2小时期间被添加至0.8摩尔（139.2克）的甲苯二异氰酸酯（T80）中。温度保持于50℃与55℃之间。添加结束后，搅拌持续3小时，至达到16.3%的理论NCO含量为止。过量的异氰酸酯藉由150至170℃的真空（0.1毫巴）蒸馏而移除。NCO含量是7.0%，自由TDI含量<0.5%。

第1表：单加合物

实施例	醇	NCO含量	当量	TDI:醇的摩尔比例
1	丁醇	16.9%	248	2.5:1
2	丁基三甘醇	10.9%	392	2.5:1
3	异十三醇	11.3%	372	3:1
4	BuCP2	9.2%	457	3:1
5	MPEG 350	8.0%	525	3:1
6	MPEG 500	6.2%	675	3:1
7	MPEG 350/MPEG 500 1:1	7.0%	600	2:1

第 2 表：第 1 表的单加合物的混合物

混合物	单加合物的混合物	摩尔比例
A	丁基三甘醇/异十三醇（实施例 2+3）	1:1
B	丁基三甘醇/MPEG 500（实施例 2+5）	1:1.75
C	丁基三甘醇/MPEG 350/MPEG 500（实施例 2+5+6）	1:1:1
D	丁基三甘醇/BuCP2（实施例 2+4）	2:1
E	丁基三甘醇/MPEG 500（实施例 2+6）	1:2
F	MPEG 350/MPEG 500（实施例 7）	1:1

脲氨基甲酸酯的制备（本发明）

实施例 8-14:

实施例 8:

15.9 克的 LiCl 及 68 克（0.5 摩尔）的苯二甲胺被溶于 80℃时的 403 克的 N-甲基吡咯烷酮中。然后，320 克的混合物 A 于 1 小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续 30 分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有 50% 的固体含量。产物是澄清的，且保持稳定持续相对较长的时间而未形成凝胶。

实施例 9:

15.9 克的 LiCl 及 68 克（0.5 摩尔）的苯二甲胺被溶于 80℃时的 656 克的 N-甲基吡咯烷酮中。然后，572 克的混合物 B 于 1 小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续 30 分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有 50% 的固体含量。产物是澄清的，且保持稳定持续相对较长的时间。

实施例 10:

25.8 克的 $LiNO_3$ 及 68 克（0.5 摩尔）的苯二甲胺被溶于 80℃时的 690 克的 N-甲基吡咯烷酮中。然后，472 克的混合物 C 于 1 小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续 30 分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有 45% 的固体含量。产物于长时期保持澄清。

实施例 11:

25.8 克的 $LiNO_3$ 及 68 克（0.5 摩尔）的苯二甲胺被溶于 80℃时的

760克的二甲基乙酰胺中。然后，413克的混合物D于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有40%的固体含量。产物是澄清的且保持稳定持续相对较长的时间。

实施例12:

15.9克的LiCl及84克（0.5摩尔）的六亚甲基二胺被溶于80℃时的830克的N-甲基吡咯烷酮中。然后，580克的混合物E于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有45%的固体含量。产物是澄清的且保持稳定持续相对较长的时间。

实施例13:

15.9克的LiCl及84克（0.5摩尔）的六亚甲基二胺被溶于80℃时的630克的N-甲基吡咯烷酮中。然后，320克的混合物A于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有40%的固体含量。产物是澄清的且保持稳定持续相对较长的时间且未形成凝胶。

实施例14:

15.9克的LiCl及68克（0.5摩尔）的苯二甲胺被溶于80℃时的497克的N-甲基吡咯烷酮中。然后，413克的混合物F于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有50%的固体含量。产物是澄清的且保持稳定持续相对较长的时间且未形成凝胶。

实施例15:

11.1克的LiCl及47.6克（0.5摩尔）的对-苯二甲胺被溶于80℃时的460克的N-甲基吡咯烷酮。然后，400.4克的混合物B于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室温。形成的脲氨基甲酸酯溶液具有50%的固体含量。产物是澄清的且保持稳定持续相对较长的时间。

实施例16:

15.5克的$LiNO_3$及68克（0.5摩尔）的对-苯二甲胺被溶于80℃时414克的N-甲基吡咯烷酮。然后，283.2克的混合物C于1小时内被添加。当添加完成时，搅拌持续30分钟，然后，溶液被冷却至室

温．形成的脲氨基甲酸酯溶液具有45％的固体含量．产物是澄清的且持续延长的时间．

应用范围：

藉由本发明方法制备的脲氨基甲酸酯溶液是在水中和在水/溶剂的混合物中测试其相容性和其流变有效性。

为检测在水中和在水/溶剂的混合物中测试其相容性和其流变有效性，脲氨基甲酸酯被加入水中或水/溶剂的混合物中，并以1米/秒的剪切速率搅拌2分钟．评估是于4小时后进行的。

流变功效性的评估：1＝厚凝胶，6＝无凝胶。

相容性的评估：1＝澄清溶液，6＝脲氨基甲酸酯的沉淀。

第3表：应用结果Ⅰ

添加剂	水/丁二醇 95:5		水/甲氧基丙醇 95:5	
	流变功效性	相容性	流变功效性	相容性
比较例	4	5	3-4	4-5
实施例10	2-3	2-3	2	3
实施例9	3	1-2	1	3-4
实施例12	3	1-2	1	3

添加剂	水/甲氧基丙醇 90:10		水/丁二醇/甲氧基丙醇 95:2.5:2.5	
	流变功效性	相容性	流变功效性	相容性
比较例	4	5	3	4
实施例10	1	2-3	1-2	2
实施例9	1-2	2-3	2	1-2
实施例12	2	2-3	2	1-2

为检测本发明的脲氨基甲酸酯的抗沉降功效，色料淤浆被制备，

且沉降行为于储存3周后被检测。

为制备色料淤浆，首先，水、丁二醇及Disperbyk 192的混合物被制备。然后，此混合物藉由搅拌添加至色料，Merck的Iriodin 9303 Royal Gold WR II.其后，本发明的脲氨基甲酸酯相似地使用Dispermat以2米/秒的剪切速率搅拌2分钟而加入。为评估沉降行为，这些淤浆被加入玻璃管（10厘米高，直径1.5厘米）至7.5厘米的高度。脱水收缩作用于室温储存3周后被决定。

第4表：应用结果II

	对照组	比较例	实施例10	实施例12
Iriodin 9303 Royal Gold WR II	30.0	30.0	30.0	30.0
水	64.5	64.5	64.5	64.5
丁二醇	4.0	4.0	4.0	4.0
Disperbyk 192	1.5	1.5	1.5	1.5
脲氨基甲酸酯		1.0	1.0	1.0

（第4表显示混合物中的个别组分的相对分率）

第5表：抗沉降功效

	对照组	比较例	实施例10	实施例12
总高度	7.5厘米	7.5厘米	7.5厘米	7.5厘米
脱水缩收作用	4.2厘米	1.7厘米	0.1厘米	0厘米