公告本

| | |
|---|---|
| 申請日期 | P0.8.8 |
| 案號 | P0117802 |
| 類別 | C08G18/28 |

A4
C4

（以上各欄由本局填註）

# 發明專利說明書

| | | |
|---|---|---|
| 一、發明名稱 | 中文 | 製備廣相容性、貯存安定、流變性活化之尿素胺基甲酸酯溶液的方法 |
| | 英文 | PROCESS FOR PREPARING A BROAD-COMPATIBILITY, STORAGE-STABLE, RHEOLOGICALLY ACTIVE UREA URETHANE SOLUTION |
| 二、發明人 | 姓名 | (1)卡漢茲・哈班尼斯特　(4)賀瑞柏特・霍特坎普<br>(2)厄瑞奇・歐斯　(5)克里斯多夫・布奇曼<br>(3)亞塞爾・伍克 |
| | 國籍 | 德國 |
| | 住、居所 | (1)德國威塞爾・賀曼-賀斯街30號<br>(2)德國威塞爾・歐曲登路2號<br>(3)德國里斯・樹費德馬克10號<br>(4)德國威塞爾・穆仁路49號<br>(5)德國威塞爾・克萊瑞巴曲街31號 |
| 三、申請人 | 姓名（名稱） | 德商・BYK化學有限公司 |
| | 國籍 | 德國 |
| | 住、居所（事務所） | 德國威塞爾・亞貝爾街45號 |
| | 代表人姓名 | (1)安德里斯・狄茲<br>(2)卡漢茲・哈班尼斯特 |

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝　訂　線

（由本局填寫）

| | |
|---|---|
| 承辦人代碼： | A6<br>B6 |
| 大　　類： | |
| ＩＰＣ分類： | |

本案已向：

| 國（地區） | 申請專利，申請日期： | 案號： | ，☑有 □無主張優先權 |
|---|---|---|---|
| 德 | 2000,8,16 | 100 39 837.5 | |

有關微生物已寄存於：　　，寄存日期：　　，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（ 1 ）

本發明係有關一種製備包含尿素胺基甲酸酯且係有效作為觸變劑之溶液之方法，其係包含使單羥基化合物與過量之二異氰酸甲苯酯反應，自反應混合物移除二異氰酸甲苯酯之未反應部份，及於鋰鹽存在之非質子溶劑中使形成之單異氰酸酯加成物進一步與二胺反應以產生尿素胺基甲酸酯。本發明另外係有關使用此溶液容納觸變塗覆組成物。

為控制液態塗覆系統之流變性，主要之有機改質皂土、矽石、氫化蓖麻油及聚醯胺蠟被使用。此等物質之缺點係其大部份係乾燥固體，其需使用溶劑及剪切力而呈半完成產品之形式，及於小心溫度控制下被加入液態塗覆系統內。觀察此等溫度之失敗會造成完成之塗覆系統結晶，其會導致塗覆物中之缺失。

此等現今使用之流變輔助劑之一般缺點係其導致清漸透明塗覆物中之混濁及霧度。再者，處理乾燥粉狀產品會於處理期間產生灰塵，其係非所欲的。

用於流變性控制之不同溶液已描述於歐洲專利申請案EP-A-0 198 519號案。其間，異氰酸酯係於形成膜之樹脂溶液存在中與胺反應而產生尿素，其形成非常細微分散形式之acicular結晶。因而改質之形成膜之粘合劑係作為流變性控制之固體且係防流淌粘合劑，其係稱為流淌控制劑。此等產品之缺點係其總是粘合至於其間被製備之粘合劑，且其不可能於其後普遍地修改完成之塗覆組成物。

歐洲專利EP-B-0 006 252號案描述一種移除某些上述

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 2 ）

缺點之製備觸變劑之方法，其描述尿素胺基甲酸酯係藉由於鋰鹽存在之非質子溶劑中使異氰酸酯加成物與聚胺反應而製得。但，因而製得之產物具有二顯著缺點。第一，此等觸變劑之特性在於由於製備方法而產生之不明確結構。雖然單異氰酸酯加成物被描述，但實際產物事實上不是單加成物，由範例清楚顯示，而係不同加成物之混合物。於所述方法中，1莫耳之二異氰酸酯先與1莫耳之單醇反應。藉由此方法，所欲之NCO-官能性之單加成物被部份形成，但亦形成非-NCO-官能性之二加成物，其於其後之於氯化鋰存在中與聚胺反應期間會導致尿素胺基甲酸酯之未受控制之鏈延伸及導致聚合物尿素。然後，此等產物易展現沈澱現象，且係格外難以保持於溶液中。藉由此方法製得之觸變劑之進一步缺點可由總是僅具相同結構之單異氰酸酯加成與與二胺反應之事實而認知。此首先導致所用塗覆系統之受限制之相容性(其係於凝膠結構中顯示)，或嚴重之混濁性，及其次之較差之流變功效。

因此，本發明之目的係發現觸變劑，其一方面具有明確結構，且因而能使藉此製得之溶劑具相對較高之儲存安定性(達數個月)，且另一方面，其特徵在於粘合劑中之相對較廣泛之相容性，藉此，能可信賴地使用此等產物。此於現代塗覆系統(其系相對較具極性之配方物，諸如，水媒介之塗覆材料或，例如，高固體系統)中係特別感興趣。

驚人地，發現此目的可於最初藉由至少二結構上不同

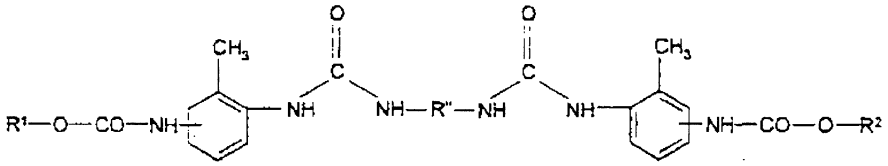
（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 4 ）

產生通式(II)之尿素加成物

(II) 

其中$R^1$及$R^2$基係滿足R基之條件。

於本發明方法中，上述之二胺可全部或部份以如下化學式之對-苯二甲胺取代



。藉由本發明方法，包含尿素胺基甲酸酯且作為觸變劑係具活性之溶液主要係可藉由二不同路徑獲得：

a)一方面，其可先混合至少二結構不同之醇R-OH，然後，使此混合物與1.5-至5-倍過量之二異氰酸甲苯酯反應。二異氰酸甲苯酯之未反應部份其後係依據習知技藝於溫和條件下自反應混合物移除，且形成之結構不同之單異氰酸酯加成物之混合物係於鋰鹽存在之非質子溶劑中與二胺反應而產生通式(II)之尿素胺基甲酸酯。

b)另一方面，其可先使至少二結構不同之醇R-OH彼此個別地與1.5-至5-倍過量之二異氰酸甲苯酯反應。二異氰酸甲苯酯之未反應部份係依據習知技藝於溫和條件下自個別之反應混合物移除，且形成之結構不同之單異氰酸酯加成物彼此混合。形成之結構不同之單異氰酸酯加成物之混合物係於鋰鹽存在之非質子溶劑中與二胺反應而產生通式(II)之尿素胺基甲酸酯。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 5 ）

結構不同之單異氰酸酯加成物之混合物中之個別之單異氰酸酯加成物之莫耳分率係20與80%之間，較佳係35與65%之間，特別佳係45與55%之間，單異氰酸酯之莫耳分率總和係100%。二異氰酸甲苯酯之莫耳過量較佳係1.5至5.0莫耳，特別佳係2.0至4.0莫耳。

因而製得之尿素胺基甲酸酯溶劑之固體含量係5至80%，較佳係20至60%，特別佳係25至50%。單異氰酸酯加成物混合物與二胺之反應係於極性之非質子溶劑中發生，諸如，二甲基碸氧化物、N-甲基吡咯烷酮、N-丁基吡咯烷酮或可相比擬之烷基吡咯烷酮或其混合物。

鋰化合物之分率係0.2至2莫耳，特別係0.5至1.5莫耳，特別佳係0.75至1.25莫耳之鋰，其係以所用二胺之胺當量為基準計算。

特別有利者係使用$LiNO_3$，而非LiCl，因為氯化物離子於塗覆系統中具不利作用，且其促進觸變塗覆系統欲塗覆之金屬基材之腐蝕。

用以製備單異氰酸酯加成物之醇R-OH較佳係包含線性或分支之一級醇，其可為飽和或未飽和，諸如，正-丁醇、2-乙基己醇、異十三醇、$C_{10}$至$C_{20}$之鏈長度之格伯特(guerbet)醇、亞油基醇、月桂基醇、硬脂基醇，但，環脂族醇(諸如，環己醇或其烷基取代之衍生物)及另外之芳族取代之烷醇(諸如，苯甲基醇)亦適合。

特別適於調整極性者係上述醇之烷氧化衍生物，於其情況中，較低級之醇(諸如，甲醇或烯丙基醇)亦可被作

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 6 ）

為烷氧化反應之起始組份。因而製得之產物較佳係於鏈中包含環氧乙烷及/或環氧丙烷單元，且可包含交替式或嵌段式之此等單元。對於烷氧化反應，其亦可能使用芳族醇(諸如，酚或烷基酚)作為起始組份。

為調整本發明之尿素胺基甲酸酯對現代粘合劑系統之相容性，其亦可能，例如，內酯(諸如，ε-己內酯)與，例如，上述醇或醇烷氧化物之加成反應，或藉由使用羥基官能性之(甲基)丙烯酸酯使酯基或聚酯基加入醇組份內。

被用以形成單異氰酸酯加成物之二異氰酸酯實質上係包含已知且慣例之異構物分佈之二異氰酸甲苯酯-於過量分率之二異氰酸酯之蒸餾期間，異構物比例會產生位移，如此，比一般商業上可獲得者更高比例之2,6-二異氰酸甲苯酯亦可被形成。此等蒸餾物可再次被用於製備進一步之單加成物。較佳者係具50至100%之2,4-異構物分率之二異氰酸甲苯酯之異構物。

化學式為$H_2N$-R'-$NH_2$之二胺實質上係包含$C_2$至$C_{12}$鏈長度之線性二胺，其可為直鏈或分支，諸如，1,3-丙二胺、六伸甲基二胺、八伸甲基二胺、二胺基十二烷或新戊烷二胺。相似適當者係環狀二胺，諸如，4,4'-二胺基二環己基甲烷或3,3'-二甲基-4,4'-二胺基二環己基甲烷。特別較佳者係芳族-脂族二胺，諸如，間-苯二甲胺或對-苯二甲胺。二胺亦可以混合物使用，以便形成尿素，因為藉此方式，溶液內之尿素胺基甲酸酯之結晶化趨勢被降低。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 7 ）

藉由本發明方法製得之尿素胺基甲酸酯不含有自由之異氰酸酯，亦不含有自由之胺基。因此，其係生理學上可接受。再者，其無與粘合劑或填料之不利之副反應。以此方式製備之尿素胺基甲酸酯溶液之儲存安定性係格外高，且於一般儲存溫度係6個月或更久。再者，尿素胺基甲酸酯溶液於粘合劑中擁有廣泛之相容性，因此，容許觸變劑之可信賴之使用。

本發明另外提供使用藉由本發明方法製備之尿素胺基甲酸酯溶液使塗覆組成物具觸變性。此塗覆組成物較佳係包含水性、以溶劑為媒介、無溶劑之塗覆材料、PVC增塑溶膠、以環氧為主之塗覆物，及以不飽和聚酯樹脂為主者。

本發明之方法之主要特徵係藉由下列操作範例例示說明。

範例

依據EP-B-0 006 252之比較例(非本發明)

1莫耳(174克)之二異氰酸甲苯酯(65%，2,4-異構物，下述中稱為T65)被注至反應容器，1莫耳之甲氧基聚乙二醇(平均MW: 350克/莫耳)被緩慢滴入添加並攪拌，且反應依據已知方法完成。於反應期間，溫度係保持低於40℃。因而製得之異氰酸酯加成物仍具有6.3%之自由TDI含量；總NCO含量係8.05%。此反應混合物被添加至0.5莫耳之苯二甲胺(68克)及0.75莫耳之LiCl(以胺當量為基準)之於N-甲基吡咯烷酮(NMP)內而成之溶液。SC係50%。反應係放

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 8 ）

熱。起始清澈之產物於儲存2個月後易形成凝膠。

單加成物之製備(本發明)

範例1-7：

範例1：

0.5莫耳(37克)之正丁醇於30℃時於2小時期間被添加至1.25莫耳(217.5克)之二異氰酸甲苯酯(80%，2,4-異構物，下述中稱為T80)。溫度保持低於45℃。添加結束後，攪拌持續2小時，至33.0%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係16.9%，自由TDI含量<0.5%。

範例2：

0.25莫耳(53克)之丁基三甘醇於室溫時於2小時期間被添加至0.625莫耳(108.75克)之二異氰酸甲苯酯(T65)。溫度保持低於45℃。添加結束後，攪拌持續2.5小時，至25.8%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係10.9%，自由TDI含量<0.5%。

範例3：

0.25莫耳(50克)之異十三醇於40℃時於2小時期間被添加至0.75莫耳(130.5克)之二異氰酸甲苯酯(T65)。溫度保持低於60℃。添加結束後，攪拌持續2小時，至29.1%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係11.3%，自由TDI含量<0.5%。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 9 ）

範例4：

0.25莫耳(18克)之丁醇於160℃時與0.5莫耳(57克)之己內酯及0.1%(0.075克)之DBTL反應6小時，然後冷卻至50℃。因而製得之羥基酯(BuCP2)(羥基數186)於40℃時於2小時期間被計量於0.75莫耳(130.5克)之二異氰酸甲苯酯內。溫度保持低於60℃。添加結束後，攪拌持續2小時，至26.2%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係9.2%，自由TDI含量<0.5%。

範例5：

0.2莫耳(70克)之甲氧基聚乙二醇350於50℃時於2小時期間被添加至0.6莫耳(104.4克)之二異氰酸甲苯酯(T80)。溫度保持於50℃與55℃之間。添加結束後，攪拌持續3小時，至24.1%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係8.0%，自由TDI含量<0.5%。

範例6：

0.2莫耳(100克)之甲氧基聚乙二醇500於50℃時於2小時期間被添加至0.6莫耳(104.4克)之二異氰酸甲苯酯(T80)。溫度保持於50℃與55℃之間。添加結束後，攪拌持續3小時，至20.5%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係6.2%，自由TDI含量<0.5%。

範例7：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 10）

0.2莫耳(100克)之甲氧基聚乙二醇500及0.2莫耳(70克)之甲氧基聚乙二醇350之混合物於50℃時於2小時期間被添加至0.8莫耳(139.2克)之二異氰酸甲苯酯(T80)。溫度保持於50℃與55℃之間。添加結束後，攪拌持續3小時，至16.3%之理論NCO含量被達成為止。過量之異氰酸酯藉由150至170℃之真空(0.1毫巴)蒸餾而移除。NCO含量係7.0%，自由TDI含量<0.5%。

第1表：單加成物

| 範例 | 醇 | NCO含量 | 當量 | TDI:醇之莫耳比例 |
|---|---|---|---|---|
| | | | | |
| 1 | 丁醇 | 16.9% | 248 | 2.5:1 |
| 2 | 丁基三甘醇 | 10.9% | 392 | 2.5:1 |
| 3 | 異十三醇 | 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表之單加成物之混合物

| 混合物 | 單加成物之混合物 | 莫耳比例 |
|---|---|---|
| | | |
| A | 丁基三甘醇/異十三醇(範例2+3) | 1:1 |
| B | 丁基三甘醇/MPEG 500 (範例2+5) | 1:1.75 |
| C | 丁基三甘醇/MPEG 350/MPEG 500(範例2+5+6) | 1:1:1 |
| D | 丁基三甘醇/BuCP2(範例2+4) | 2:1 |
| E | 丁基三甘醇/MPEG 500 (範例2+6) | 1:2 |
| F | MPEG 350/MPEG 500 (範例7) | 1:1 |

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 11）

尿素胺基甲酸酯之製備(本發明)

範例8-14：

範例8：

15.9克之LiCl及68克(0.5莫耳)之苯二甲胺被溶於80℃時之403克之N-甲基吡咯烷酮。然後，320克之混合物A於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有50%之固體含量。產物係清澈，且保持安定持續相對較長之時間而未形成凝膠。

範例9：

15.9克之LiCl及68克(0.5莫耳)之苯二甲胺被溶於80℃時之656克之N-甲基吡咯烷酮。然後，572克之混合物B於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有50%之固體含量。產物係清澈，且保持安定持續相對較長之時間。

範例10：

25.8克之$LiNO_3$及68克(0.5莫耳)之苯二甲胺被溶於80℃時之690克之N-甲基吡咯烷酮。然後，472克之混合物C於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有45%之固體含量。產物於長時期保持清澈。

範例11：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 12）

25.8克之$LiNO_3$及68克(0.5莫耳)之苯二甲胺被溶於80℃時之760克之二甲基乙醯胺。然後，413克之混合物D於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有40%之固體含量。產物係清澈且保持安定持續相對較長之時間。

範例12：

15.9克之LiCl及84克(0.5莫耳)之六伸甲基二胺被溶於80℃時之830克之N-甲基吡咯烷酮。然後，580克之混合物E於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有45%之固體含量。產物係清澈且保持安定持續相對較長之時間。

範例13：

15.9克之LiCl及84克(0.5莫耳)之六伸甲基二胺被溶於80℃時之630克之N-甲基吡咯烷酮。然後，320克之混合物A於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有40%之固體含量。產物係清澈且保持安定持續相對較長之時間且未形成凝膠。

範例14：

15.9克之LiCl及68克(0.5莫耳)之苯二甲胺被溶於80℃

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 13）

時之497克之N-甲基吡咯烷酮。然後，413克之混合物F於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有50%之固體含量。產物係清澈且保持安定持續相對較長之時間且未形成凝膠。

範例15：

11.1克之LiCl及47.6克(0.5莫耳)之對-苯二甲胺被溶於80℃時之460克之N-甲基吡咯烷酮。然後，400.4克之混合物B於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有50%之固體含量。產物係清澈且保持安定持續相對較長之時間。

範例16：

15.5克之$LiNO_3$及68克(0.5莫耳)之對-苯二甲胺被溶於80℃時之414克之N-甲基吡咯烷酮。然後，283.2克之混合物C於1小時內被添加。當添加完成時，攪拌持續30分鐘，然後，溶液被冷卻至室溫。形成之尿素胺基甲酸酯溶液具有45%之固體含量。產物係清澈且持續延長之時間。

應用範例：

藉由本發明方法製備之尿素胺基甲酸酯溶液係於水中及於水/溶劑之混合物中測試其相容性及其流變有效性。

為檢測於水中及於水/溶劑之混合物中測試其相容性及其流變有效性，尿素胺基甲酸酯被加入水中或水/容劑之混合物中，並以1公分/秒之剪切速率攪拌2分鐘。評估

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 14）

係於4小時後為之。

流變功效性之評估：1=厚凝膠，6=無凝膠。

相容性之評估：1=清澈溶液，6=尿素胺基甲酸酯之沈澱。

第3表：應用結果I

| 添加劑 | 水/丁二醇 95:5 | | 水/甲氧基丙醇 95:5 | |
|---|---|---|---|---|
| | 流變功效性 | 相容性 | 流變功效性 | 相容性 |
| 比較例 | 4 | 5 | 3-4 | 4-5 |
| 範例10 | 2-3 | 2-3 | 2 | 3 |
| 範例9 | 3 | 1-2 | 1 | 3-4 |
| 範例12 | 3 | 1-2 | 1 | 3 |

| 添加劑 | 水/甲氧基丙醇 90:10 | | 水/丁二醇/甲氧基丙醇 95:2.5:2.5 | |
|---|---|---|---|---|
| | 流變功效性 | 相容性 | 流變功效性 | 相容性 |
| 比較例 | 4 | 5 | 3 | 4 |
| 範例10 | 1 | 2-3 | 1-2 | 2 |
| 範例9 | 1-2 | 2-3 | 2 | 1-2 |
| 範例12 | 2 | 2-3 | 2 | 1-2 |

為檢測本發明之尿素胺基甲酸酯之抗沈降功效，色料淤漿被製備，且沈降行為於儲存3週後被檢測。

為製備色料淤漿，首先，水、丁二醇及Disperbyk 192之混合物被製備。然後，此混合物藉由攪拌添加至色料，Merck之Iriodin 9303 Royal Gold WR II。其後，本發明之尿素胺基甲酸酯相似地使用Dispermat以2公尺/秒之剪切速率攪拌2分鐘而加入。為評估沈降行為，此等淤漿被加入玻璃管(10公分高，1.5公分$\phi$)至7.5公分之高度。脫水

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明（ 15）

收縮作用於室溫儲存3週後被決定。

第4表：應用結果II

| | 對照組 | 比較例 | 範例10 | 範例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 |
| 尿素胺基甲酸酯 | | 1.0 | 1.0 | 1.0 |

(第4表顯示混合物中之個別組份之相對分率)

第5表：抗沈降功效

| | 對照組 | 比較例 | 範例10 | 範例12 |
|---|---|---|---|---|
| 總高度 | 7.5公分 | 7.5公分 | 7.5公分 | 7.5公分 |
| 脫水縮收作用 | 4.2公分 | 1.7公分 | 0.1公分 | 0公分 |

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

A5
B5

四、中文發明摘要（發明之名稱：製備廣相容性、貯存安定、流變性活化之尿素胺基甲酸酯溶液的方法）

本發明係有關一種製備包含尿素胺基甲酸酯且係有效作為觸變劑之溶液之方法，其包含至少二結構上不同之單羥基化合物與過量之二異氰酸甲苯酯反應而形成單異氰酸酯加成物，移除二異氰酸甲苯酯之未反應部份，及於鋰鹽存在之非質子溶劑中使形成之單異氰酸酯加成物與二胺反應而形成尿素胺基甲酸酯。本發明亦係有關使用此溶液容納觸變性塗覆組成物。

英文發明摘要（發明之名稱：PROCESS FOR PREPARING A BROAD-COMPATIBILITY, STORAGE-STABLE, RHEOLOGICALLY ACTIVE UREA URETHANE SOLUTION）

The invention relates to a process for preparing a solution which comprises urea urethanes and is effective as a thixotropic agent, which involves reacting at least two structurally different monohydroxy compounds with an excess of toluylene diisocyanate to form monoisocyanate adducts, removing the unreacted portion of the toluylene diisocyanate, and reacting the resultant monoisocyanate adducts with diamines in an aprotic solvent in the presence of a lithium salt to form urea urethanes. The invention also relates to the use of the solution to receive thixotropic coating compositions.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝 訂 線

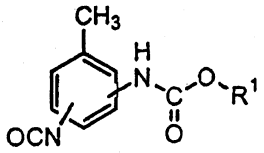
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (3　　)



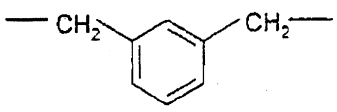
之單異氰酸酯加成物(其於醇組份係不同)與二胺反應而產生尿素胺基甲酸酯之特殊型式之方法達成。

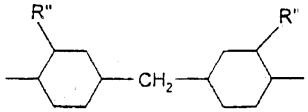
本發明因此係提供一種方法，其中，至少二結構不同之通式為R-OH之單羥基化合物(其中，R表示具有4至22個碳原子之正烷基或異烷基、具3至18個碳原子之烯基、環烷基、芳烷基或化學式為$C_mH_{2m+1}(O\text{-}C_nH_{2n})_x$、$C_mH_{2m+1}(OOC\text{-}C_vH_{2v})_x$或$Z\text{-}C_6H_4(O\text{-}C_nH_{2n})_x$之基，其中m係1-22，n係2-4，x係1-15，v係4或5，且z係具1至12個碳原子之烷基)與1.5至5倍過量之二異氰酸甲苯酯反應而產生通式(I)之單異氰酸酯加成物



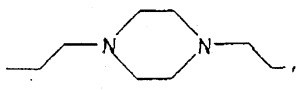
(I)

且二異氰酸甲苯酯之未反應部份自反應混合物移除，且形成之單異氰酸酯加成物係於鋰鹽存在之非質子溶劑中與化學式為$H_2N\text{-}R'\text{-}NH_2$(其中R'係$-C_oH_{2o}-$，其中o係2-12、$-(C_pH_{2p}\text{-}O\text{-}C_pH_{2p}-)q$，其中p=2-4且q=1-10)之二胺反應





其中R"=$CH_3$或H，或



（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

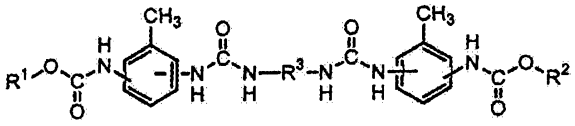
訂

線

## 六、申請專利範圍

**第90117800號專利申請案申請專利範圍修正本93年03月12日**

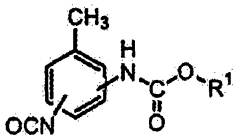
1. 一種用於製備具有化學式(II)之化合物的方法，



(II)

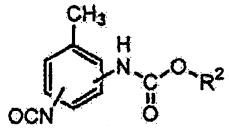
，

其包含於鋰鹽存在之非質子溶劑中，將單異氰酸酯化合物的混合物與二胺起反應，該單異氰酸酯化合物具有化學式(I)以及(III)：



(I)

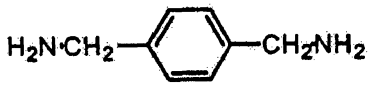
以及



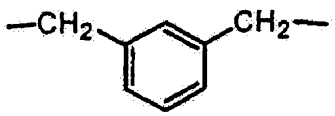
(III)

，

該二胺具有化學式$H_2N\text{-}R^3\text{-}NH_2$或下列化學式：



其中$R^1$以及$R^2$各自獨立為$C_{4\text{-}22}$烷基、$C_{3\text{-}18}$烯基、$C_{3\text{-}8}$環烷基、芳基$C_{1\text{-}8}$烷基、或具有下列化學式之基團：$-C_mH_{2m+1}(O\text{-}C_nH_{2n})_x$、$C_mH_{2m+1}(OC(O)\text{-}C_vH_{2v})_x$或$-Z\text{-}C_6H_4(O\text{-}C_nH_{2n})_x$，其中Z為$C_{1\text{-}12}$伸烷基；$R^3$為$-C_iH_{2i}$-

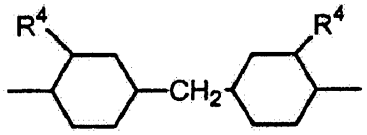


、$-(C_pH_{2p}\text{-}O\text{-}C_pH_{2p})_q$、

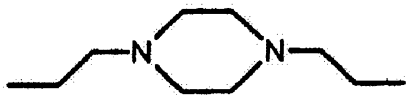
、

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

六、申請專利範圍




、



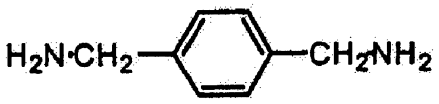

或

其混合物，以及

$R^4$為$CH_3$或氫，

其中i為自約2至約12、p為約2至約4、q為約1至約10、m為1-22、n為2-4、x為1-15以及v為4或5；其限制條件為$R^1$以及$R^2$為相異。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該二胺包含一具有下列化學式的二胺：




。

3. 如申請專利範圍第1項之方法，其進一步包含藉由將兩種不同之$R^1$-OH與$R^2$-OH醇類混合物與1.5倍至約5倍過量的二氰酸甲苯酯起反應，以製備單異氰酸酯化合物的混合物。

4. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該等單異氰酸酯化合物分別製備並經摻合，以提供一混合物。

5. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該化合物在一包含5至80重量%固形物之溶液中製備。

6. 如申請專利範圍第5項之方法，其中該溶液為可觸變的。

7. 如申請專利範圍第3項之方法，其中該二異氰酸甲苯酯

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製



本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

六、申請專利範圍

係為2,4-異構物以及2,6-異構物的混合物。

8. 如申請專利範圍第7項之方法，其中該二異氰酸甲苯酯具有自約50重量%至約100重量%的2,4-異構物。

9. 如申請專利範圍第7項之方法，其中該二異氰酸甲苯酯具有約65重量%的2,4-異構物。

10. 如申請專利範圍第9項之方法，其中該二異氰酸甲苯酯具有約80重量%的2,4-異構物。

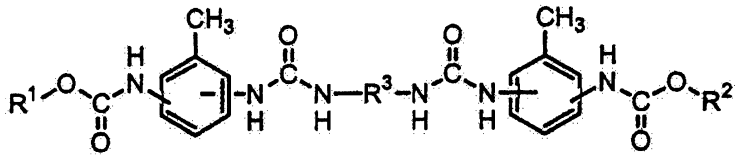
11. 如申請專利範圍第1項之方法，其中鋰鹽對二胺的莫耳比，基於二胺當量重，為自約0.2至約2.0。

12. 如申請專利範圍第11項之方法，其中鋰鹽對二胺的莫耳比，基於二胺當量重，為自約0.5至約1.5。

13. 如申請專利範圍第12項之方法，其中鋰鹽對二胺的莫耳比，基於二胺當量重，為自約0.75至約1.25。

14. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該鋰鹽為$LiNO_3$。

15. 一種具有化學式(II)之化合物



(II)

，

其中

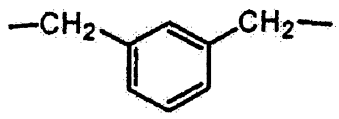
$R^1$以及$R^2$各自獨立為為$C_{4-22}$烷基、$C_{3-18}$烯基、$C_{3-8}$環烷基、芳基$C_{1-8}$烷基、或具有下列化學式之基團：$-C_mH_{2m+1}(O-C_nH_{2n})_x$、$C_mH_{2m+1}(OC(O)-C_vH_{2v})_x$或$-Z-C_6H_4(O-C_nH_{2n})_x$，其中Z為$C_{1-12}$伸烷基；$R^3$為$-C_iH_{2i}-$

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

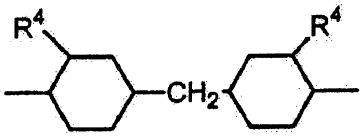
裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

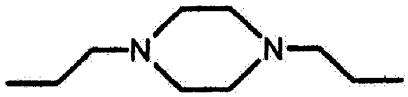
六、申請專利範圍



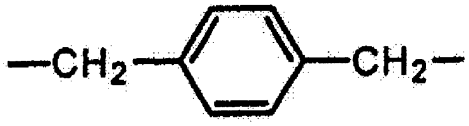
、 $-(C_pH_{2p}-O-C_pH_{2p})_q$ 、



、



、



、 或其混合物，以及

其中

$R^4$為$CH_3$或氫，

其中i為自約2至約12、p為約2至約4、q為約1至約10、m為1-22、n為2-4、x為1-15以及v為4或5；其限制條件為$R^1$以及$R^2$為相異。

16. 如申請專利第15項之化合物，其中$R^1$以及$R^2$各自獨立為正-丁基、丁三甘胺醯基、2-乙基己基、異十三基、油基、亞油基、月桂基、硬脂基、環己基、甲苯基、甲氧聚乙烯甘胺醯基、或$C_4H_9$-O-C(O)-$(CH_2)_5$-。

17. 如申請專利第16項之化合物，其中$R^1$以及$R^2$各自獨立為正-丁基、丁三甘胺醯基、異十三基、甲氧聚乙烯甘胺醯基500、甲氧聚乙烯甘胺醯基350或$C_4H_9$-O-C(O)-$(CH_2)_5$-。

18. 如申請專利第16項之化合物，其中$R^1$以及$R^2$各自獨立

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製



本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

六、申請專利範圍

為丁三甘胺醯基、甲氧聚乙烯甘胺醯基500或甲氧聚乙烯甘胺醯基350。

19. 如申請專利第15項之化合物，其中$R^3$為丙基、六甲基、八甲基、十二基、新戊基、二環己基甲基、或3,3'-二甲基-二環己基-甲基、間二甲苯基或對二甲苯基。

20. 如申請專利第19項之化合物，其中$R^3$為六甲基、間二甲苯基或對二甲苯基。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製



本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）