



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1775825 B

(45) 授权公告日 2010.08.25

(21) 申请号 200510125045.2

(22) 申请日 2005.11.16

(30) 优先权数据

10/990,082 2004.11.16 US

(73) 专利权人 拜耳材料科学股份公司

地址 德国莱沃库森

专利权人 拜耳材料科学有限公司

(72) 发明人 K·丹尼尔梅尔 C·A·甘比诺

R·格特兹曼 R·R·罗斯勒

T·D·韦特 E·P·斯奎勒

M·E·洪口 K·M·亨德森

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 徐迅

(51) Int. Cl.

C08G 18/48 (2006.01)

C08G 73/10 (2006.01)

C09D 175/04 (2006.01)

(56) 对比文件

JP 特开 2000-273173 A, 2000.10.03, 说明书第 2 页第 4 栏第 14、15 段.

CN 1308605 A, 2001.08.15, 权利要求 1-36.

HERMAN J. VERHEY, ET AL. Crosslinking and

drying of a two-component waterborne coating monitored by a functionalized charge-transfer fluorescence probe. POLYMER 38 17. 1997, 38(17), 4491-4497.

LARS ANDERSSON, ET AL. Poly(ethylene glycol)-Poly(ester-carbonate) block copolymers carrying PEG-Peptidyl-Doxorubicin pendant side chains: synthesis and evaluation as anticancer conjugates. BIOMACROMOLECULES 6 2. 2005, 6(2), 914-926.

审查员 朱莹

权利要求书 2 页 说明书 6 页

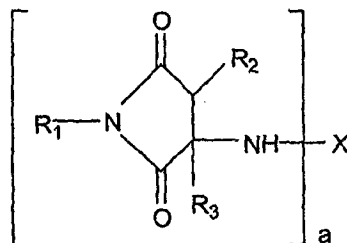
(54) 发明名称

聚天冬酰亚胺

(57) 摘要

本发明涉及一种新型的聚天冬酰亚胺及其制备方法和这些聚天冬酰亚胺作为两组分聚氨酯涂料组合物中的多异氰酸酯的活性组分的应用。该聚天冬酰亚胺由聚醚胺与马来酰亚胺反应来制备。

1. 一种如下式所示的聚天冬酰亚胺：



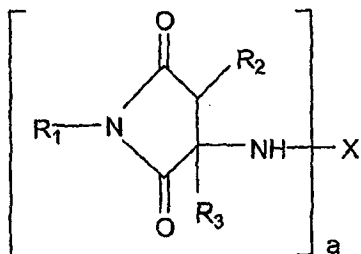
其中, X 代表 n 价的聚醚基, 所述聚醚基为通过从对应于通式 $X-(NH_2)_n$ 的聚醚胺中除去 n 个氨基基团所得, 其中所述聚醚胺的数均分子量为 200 至 6000, 选自聚环氧丙烷二胺、聚环氧丙烷三胺和聚环氧丙烷四胺, 并任选含有其它官能团, 所述的官能团或者对异氰酸酯基团有反应活性、或者在最高为 100°C 的温度下对异氰酸酯基团呈惰性,

R_2 和 R_3 任选等同或不同, 并代表选自下组的部分: i) 氢; ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团, 所述烷基基团可最多被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团所取代; iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团, 所述芳基基团可最多被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代; 和 iv) R_2 和 R_3 一起形成五元或六元的环烷基基团, 所述环烷基基团被 0 到 3 个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代,

R_1 代表选自下组的部分: i) 氢; ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团, 所述烷基基团可最多被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团取代; iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团, 所述芳基基团可最多被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代, 以及

n 代表 2 至 4 的整数。

2. 一种制备如下式所示的聚天冬酰亚胺的方法：



其中, X 代表 n 价的聚醚基, 所述聚醚基为通过从对应于通式 $X-(NH_2)_n$ 的聚醚胺中除去 n 个氨基基团所得, 其中所述聚醚胺的数均分子量为 200 至 6000, 选自聚环氧丙烷二胺、聚环氧丙烷三胺和聚环氧丙烷四胺, 并任选含有其它官能团, 所述的官能团或者对异氰酸酯基团有反应活性、或者在最高为 100°C 的温度下对异氰酸酯基团呈惰性,

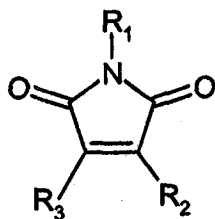
R_2 和 R_3 任选等同或不同, 并代表选自下组的部分: i) 氢; ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团, 所述烷基基团可最多被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团所取代; iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团, 所述芳基基团可最多被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代; 和 iv) R_2 和 R_3 一起形成五元或六元的环烷基基团, 所述环烷基基团被 0 到 3 个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代,

R_1 代表选自下组的部分: i) 氢; ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团, 所述烷基基团可最多被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团取代; iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团, 所述芳基基团可最多被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团所取代, 以及

n 代表 2 至 4 的整数, 所述方法包括: 在 50°C 至 100°C 的温度下, 在溶液中或在无溶

剂的情况下,使式 $X[-NH_2]_n$ 所示的胺与马来酰亚胺以马来酰亚胺对氨基基团的当量比为 0.95 : 1 至 1.05 : 1 的比例发生反应,其中 X 和 n 如上文所定义,所述溶剂包括不与任意反应参与物反应的任何有机溶剂。

3. 如权利要求 2 所述的方法,其特征在于,所述马来酰亚胺如下式所示:



其中, R_1 、 R_2 和 R_3 如上所定义。

4. 如权利要求 2 所述的方法,其特征在于,所述马来酰亚胺对氨基基团的当量比为 1 : 1。

5. 一种两组分涂料组合物,所述组合物含有作为粘合剂的以下组合:

a) 多异氰酸酯组分,和

b) 异氰酸酯-活性组分,所述异氰酸酯-活性组分含有

b1) 权利要求 1 所述的聚天冬酰亚胺,

b2) 任选的其它异氰酸酯-活性化合物,其包含至少两个异氰酸酯活性基团,其中,异氰酸酯基团对异氰酸酯-活性基团的当量比为 0.8 : 1 至 2.0 : 1。

聚天冬酰亚胺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种新型的聚天冬酰亚胺 (polyaspartimide)、一种由具体的伯胺和马来酰亚胺制备它们的方法、以及它们作为两组分聚氨酯涂料组合物中的聚异氰酸酯的活性组分的应用。

背景技术

[0002] 含有作为粘合剂的多异氰酸酯组分与一种或多种异氰酸酯-活性组分相结合的两组分涂料组合物是已知的。它们适合用于制备坚硬、有弹性、耐磨、耐溶剂和耐侯的高质量涂层。

[0003] 含有酯基团的聚仲胺已在两组分的表面涂料工业中得到了公认。它们特别适合与漆料多异氰酸酯相结合用作溶剂含量低或不含溶剂、高固体含量的涂料组合物的粘合剂，因为它们提供低温下涂层的快速固化。

[0004] 这些聚仲胺是聚天冬氨酸酯，在例如美国专利 5126170、5214086、5236741、5243012、5364955、5412056、5623045、5736604、6183870、6355829、6458293、6482333 和欧洲专利申请公开 667362 中有描述。另外，含有醛亚胺基团的天冬氨酸酯也是已知的（参见美国专利 5489704、5559204 和 5847195）。仲天冬酸酰胺酯 (secondary aspartic acid amide ester) 也是已知的（参见美国专利 6005062）。它们在两组分涂料组合物中单独用作异氰酸酯-活性组分或与其它异氰酸酯-活性组分混合使用，也描述在上述专利中。制备这些聚天冬氨酸酯的方法是相应的聚伯胺与马来酸酯或延胡索酸酯反应，导致聚仲胺的形成。因为空间效应、结构效应和电子效应，这些聚仲胺基团对于异氰酸酯基团活性有了充足的下降，可以可靠又简易的方法与多异氰酸酯相混合。

[0005] 如同现有技术中已知的，用于制备聚天冬氨酸酯的反应是伯胺与烯键式羰基化合物中的活性 C-C 双键的加成反应。但是，已发现该反应在实际的合成工艺过程（例如，60℃ 下搅拌 24 小时）中不能进行完全。实际的反应程度取决于伯胺的类型。因此，使用 1,6-环己烷二胺在反应 1 天后的转化度（通过测量游离的、未转化的马来酸酯和延胡索酸酯的浓度来确定，在碱性催化剂存在下，马来酸酯重排成延胡索酸酯）约为 90% 至 93%。而使用具有空间位阻伯胺基团的脂环族多胺，即 4,4'-二氨基-3,3'-二甲基二环己基甲烷，在 1 天后的转化度仅为 77%。完全转化或基本上完全转化只能在若干天后才能实现，若是 4,4'-二氨基-3,3'-二甲基二环己基甲烷的话，则需要几个月的时间才能完全转化。

[0006] 在通常的商业生产中，反应进行 16 个小时，取决于所使用的胺，转化度在 75% 至 95% 之间。“未完成的”材料装桶且存储直到反应完全。这通常需要二个星期至六个月不等。美国专利 5821326 中描述了某种五元芳香环化合物作为催化剂在加快天冬氨酸酯的制备速度中的应用。

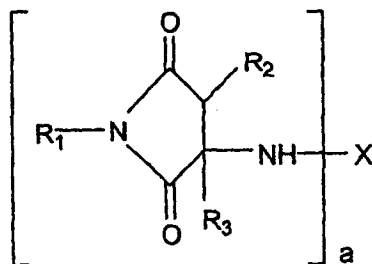
[0007] 常规的天冬氨酸酯能够进一步转化（用异氰酸酯固化后），形成乙内酰脲环结构。乙内酰脲的形成可导致涂层的收缩和不利的醇的形成。期望制备出一种天冬氨酸酯，其形成乙内酰脲的趋势较小。

[0008] 于 2004 年 1 月 21 日提交的美国申请序列号 10/761643 描述了通过将过量的伯胺与马来酸酯或延胡索酸酯反应,然后将所得的产物与马来酰亚胺反应形成一种同时具有天冬氨酸酯基团和天冬酰亚胺基团的产物来制备天冬氨酸酯。

发明内容

[0009] 本发明涉及一种新型的聚天冬酰亚胺,其通式为:

[0010]



[0011] 其中, X 代表 n 价的通过从对应于通式 $X-(NH_2)_n$ 的聚醚胺中除去 n 个氨基基团得到的聚醚基,其中所述的聚醚胺的数均分子量约为 200 至 6000,并含有其它或者对异氰酸酯基团有反应活性、或者在最高为 100℃ 的温度下对异氰酸酯基团呈惰性的官能团,

[0012] R_2 和 R_3 可等同或不同,代表选自 i)、ii)、iii) 和 iv) 的部分:i) 氢;ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团,其最多可被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团取代;iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团,其最多可被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团取代;iv) R_2 和 R_3 一起形成五元或六元环烷基基团,所述环烷基基团被 0 到 3 个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团取代;

[0013] R_1 代表选自 i)、ii) 和 iii) 的部分:i) 氢;ii) 直链或支链的 C_1 至 C_8 烷基基团,其最多可被三个含有 6 至 10 个碳原子的芳基基团取代;iii) C_6 至 C_{10} 芳基基团,其最多可被三个含有 1 至 3 个碳原子的烷基基团取代,以及

[0014] n 代表 2 至 4 的整数。

[0015] 本发明的产物与多异氰酸酯组合时,会具有较长的贮存期,并比现有技术中基于聚醚的天冬氨酸酯提供更为坚硬的涂层,产物形成乙内酰脲环的趋势较小。

[0016] 本发明还涉及一种制备上述通式的聚天冬酰亚胺的方法,其包括在约室温至约 100℃ 的温度下,在溶液中或在无溶剂的情况下,对应于通式 $x[-NH_2]_n$ 的二胺或多胺与马来酰亚胺以马来酰亚胺对氨基基团的当量比为约 0.95 : 1 至约 1.05 : 1 的比例反应,其中 X 和 n 如上文所定义。最优的比例为 1 : 1。

[0017] 本发明还涉及一种两组分涂料组合物,其含有作为粘合剂的

[0018] a) 多异氰酸酯组分,和

[0019] b) 异氰酸酯-活性组分,其含有

[0020] b1) 对应于本发明的聚天冬酰亚胺的化合物,和

[0021] b2) 任选的其它异氰酸酯-活性化合物,

[0022] 其中,异氰酸酯基团对异氰酸酯-活性基团的当量比为约 0.8 : 1 至约 2 : 1,以及任选的表面涂料技术中已知的添加剂。

具体实施方式

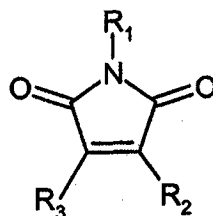
[0023] 分子量为数均分子量 (M_n),并且由端基分析来确定 (NH 值)。

[0024] 合适的多胺对应于现有技术中已知并用于制备异氰酸酯封端预聚物的聚醚多元醇,除了链端的羟基基团转化成了氨基基团,该转化或者通过氨基化作用,或者是将羟基基团与二异氰酸酯反应、且随后将链端的异氰酸酯基团水解为氨基基团来实现。优选的多胺为氨基封端的聚醚,诸如可从 Huntsman 公司购得的 Jeffamine®树脂。

[0025] 聚醚胺组分包括任何能实现本发明目的的聚醚胺。合适的聚醚胺通常包括具有聚环氧丙烷基团的二官能胺和多官能胺。这些胺是众所周知的,可通过如德国专利公开 1193671、美国专利 3236895 和法国专利 1466708 中描述的方法来制备,其内容通过引用包括于此。合适的二官能胺的实例为可从 Huntsman 公司购得的聚环氧丙烷二胺,诸如 Jeffamine®D-230、Jeffamine®D-400、Jeffamine®D-2000。合适的三官能聚环氧丙烷胺包括聚氧化丙三胺、(Jeffamine®T-403)、Jeffamine®T-3000 和 Jeffamine®T-5000,它们也从 Huntsman 公司购得。据信也可以使用多官能聚醚胺如四官能聚环氧丙烷胺。

[0026] 有用的马来酰亚胺是那些具有以下结构的马来酰亚胺:

[0027]



[0028] 其中, R_1 、 R_2 和 R_3 如上文所定义。具体有用的马来酰亚胺包括 N- 甲基马来酰亚胺、N- 乙基马来酰亚胺、N- 丙基马来酰亚胺、N- 异丙基马来酰亚胺、N- 异丁基马来酰亚胺、N- 丁基马来酰亚胺、N- 戊基马来酰亚胺、N- 乙基戊基马来酰亚胺、N- 甲基异戊基马来酰亚胺、N- 甲基己基马来酰亚胺、N- 苯基马来酰亚胺、N- 乙基-2- 甲基马来酰亚胺、N-2,3- 三甲基甲基马来酰亚胺、3- 甲基-N- 苯基马来酰亚胺、N- 苯基-3,4,5,6- 四氢邻苯二甲酰亚胺和 3- 苯基-N 苯基马来酰亚胺。

[0029] 反应通常在约 50 至约 100°C 的温度下进行约 1 小时至 4 小时。马来酰亚胺对胺基基团的当量比为约 0.95 : 1 至约 1.05 : 1, 1 : 1 的比率为佳。然后可除去任何过量的马来酰亚胺以提供 100% 树脂产品,或者过量的马来酰亚胺也可以留在产品中并作为增塑剂起作用。如果使用过量的胺,通常是可容许的,但是此类的产品会具有较高的活性,从而缩短了总体系的贮存时间。

[0030] 制备本发明的聚天冬酰亚胺的方法可在溶液或无溶剂的情况下实施。溶剂也可在合成过程之后加入,例如,用来降低粘度。合适的溶剂包括任何有机溶剂,优选那些根据表面涂料技术已知不与任何反应参与物反应的溶剂。实例包括乙酸正丁酯、乙酸羟甲基丙酯、甲苯、二甲苯和高级芳香族溶剂(诸如 Exxon 的 Solvesso 溶剂)。

[0031] 依据本发明制备的聚天冬酰亚胺可在合成过程结束后直接用作多异氰酸酯的活性组分。

[0032] 本发明的聚天冬酰亚胺的一种用途是由两组分涂料组合物制备涂层,该涂料组合物包括作为粘合剂的以下组合

[0033] a) 多异氰酸酯组分,和

[0034] b) 异氰酸酯-活性组分,其含有

[0035] b1) 一种或多种本发明的聚天冬酰亚胺, 和

[0036] b2) 任选的其它已知的异氰酸酯 - 活性组分。

[0037] 合适的多异氰酸酯组分 a) 是已知的且包括聚氨酯化学中已知的多异氰酸酯, 例如, 低分子量的多异氰酸酯和由这些低分子量的多异氰酸酯制得的漆料多异氰酸酯 (lacquer polyisocyanate)。优选的是表面涂料技术中已知的漆料多异氰酸酯。这些漆料多异氰酸酯可含有缩二脲基团、异氰尿酸酯基团、脲基甲酸酯基团、脲二酮基团、碳二亚胺基团和 / 或氨基甲酸乙酯基团, 并优选由脂环族多异氰酸酯制备得到。

[0038] 适用于本发明的、或用于制备漆料多异氰酸酯的低分子量多异氰酸酯是那些分子量为 140 至 300 的多异氰酸酯, 诸如 1,4- 四亚甲基二异氰酸酯、1,6- 六亚甲基二异氰酸酯 (HDI)、2,2,4- 和 / 或 2,4,4- 三甲基 - 六亚甲基二异氰酸酯、十二亚甲基二异氰酸酯、2- 甲基 -1,5- 二异氰酸基戊烷、1,4- 二异氰酸基环己烷、1- 异氰酸基 -3,3,5- 三甲基 -5- 异氰酸基 - 甲基环己烷 (IPDI)、2,4- 和 / 或 4,4'- 二异氰酸基 - 二环己基甲烷、1- 异氰酸基 -1- 甲基 -3(4)- 异氰酸基甲基环己烷 (IMIC)、2,4- 和 / 或 2,6- 六氢甲代亚苯基二异氰酸酯 (H_6 TDI)、2,4- 和 / 或 4,4'- 二异氰酸基二苯基甲烷或这些同分异构体与它们的高级同系物 (可通过已知的方法由苯胺 / 甲醛的缩合产物的光气化作用得到) 的混合物、2,4- 和 / 或 2,6- 二异氰酸基甲苯、和它们的混合物。使用低分子量的多异氰酸酯本身不是首选。同样, 使用由芳族多异氰酸酯如 2,4- 和 / 或 2,6- 二异氰酸基甲苯制得的漆料多异氰酸酯也不怎么好。含有氨基甲酸乙酯基团的漆料多异氰酸酯最好是基于分子量为 62 至 300 的低分子量多元醇化合物, 诸如乙二醇、丙二醇和 / 或三羟甲基丙烷。

[0039] 优选的用作组分 a) 的漆料多异氰酸酯是那些基于 1,6- 六亚甲基二异氰酸酯、NCO 含量为 16 重量%至 24 重量%、23℃下最大粘度为 10000 毫帕秒 - 较优的为 3000 毫帕秒的多异氰酸酯。优选的还有那些基于 TPDI 的异氰酸酯。

[0040] 任选的原料组分 b2) 是已知的含有至少两个异氰酸酯 - 活性基团的化合物, 异氰酸酯 - 活性基团包括在受潮或 / 和受热的效应下可与异氰酸酯基团反应的基团。实例包括羟基官能聚丙烯酸酯、聚酯多元醇和聚醚多元醇和现有技术中已知类型的天冬氨酸酯和酞亚胺。也可以使用这些化合物的混合物。

[0041] 依据本发明, 对在粘合剂中使用的组分 a)、b1) 和 (任选的)b2) 的量加以选择以使异氰酸酯基团对异氰酸酯 - 活性基团的当量比为约 0.8 : 1 至约 2.0 : 1, 较优的约 0.8 : 1 至约 1.2 : 1。

[0042] 依据本发明, 粘合剂的制备方法是在没有溶剂的情况下、或者是在聚氨酯表面涂料技术中常用的溶剂存在下, 将各个组分混合。合适的溶剂包括乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸甲氧基丙酯、甲基异丁基酮、甲基乙基酮、二甲苯、N- 甲基吡咯烷酮、石油溶剂油、氯苯、Solvesso 溶剂或它们的混合物。

[0043] 优选地, 根据本发明, 粘合剂组分 a) 和 b) 对涂料组合物中的溶剂的重量比为约 40 : 60 至约 100 : 0, 约 60 : 40 至约 100 : 0 更佳。

[0044] 涂料组合物还可以含有表面涂料技术中已知的添加剂。这些添加剂包括颜料、填充物、流动控制剂、催化剂和防沉降剂。

[0045] 由依据本发明的涂料组合物制得的涂层性质可通过适当选择原料组分 a)、b1) 和 b2) 的类型和比率来调节。

[0046] 涂料组合物可通过任何已知的方法以单层或多层的形式施涂到任何基材上,例如,通过喷涂、涂漆、浸渍、浮涂(flood)或使用辊或涂布机来施涂。依据本发明的涂料组合物适用于在基材上制备涂层,诸如在金属、塑料、木材或玻璃上。涂料组合物特别适用于涂敷用来生产车身、机器、外挂板、桶和容器的不锈钢板材。在施涂本发明的涂料组合物之前,可先给基材上合适的底漆。涂层的干燥可在约 0 至 160℃ 的温度下进行。

[0047] 本发明的聚天冬酰亚胺可在合成过程完成后直接使用,因为与现有技术的天冬氨酸酯相比,可以达到几乎百分之百的转化度。产物对异氰酸酯表现出合理的而不是剧烈的活性。因为它们粘度低,所以,作为活性稀释剂,它们远不只是以前使用的污染环境的有机溶剂的合适的替代品,因此使用在高质量、低溶剂或甚至不含溶剂的、高固体的两组分涂料组合中。

[0048] 马来酰亚胺的反应比马来酸二烷基酯要快得多,这是因为在马来酰亚胺中不可能发生顺反异构化,而顺反异构化出现在马来酸酯异构化为延胡索酸酯时,且使反应缓慢。这是一个优势,因为减少了合成时间且消除了老化过程。另一个优势在于琥珀酰亚胺部分不能象天冬氨酸酯一样进一步转化(在用异氰酸酯固化后)形成乙内酰脲环结构。此类乙内酰脲环的形成伴随着醇的脱去,这会导致涂层的收缩。而本技术的另一个优势在于可能形成基于如 Jeffamine® 多胺之类的慢胺(slow amine)天冬酰亚胺。令人惊喜的是,与 Jeffamine® 多胺和马来酸二乙酯的反应相比,基于 Jeffamine® 多胺和马来酰亚胺的产物可在短时间内完全形成。与马来酸二乙酯和 Jeffamine® 多胺的反应相比,马来酰亚胺与 Jeffamine® 多胺的反应可在数个小时内反应完全,而马来酸二乙酯和 Jeffamine® 多胺的反应如此之慢以致于 6 个月内只有 50% 转化为天冬氨酸酯。这给更为灵活地合成天冬氨酸酯类共反应物提供了可能性。

[0049] 如无相反指示,以下实施例中所有的份数和百分数都以重量计。

[0050] 实施例

[0051] 胺 1 是 Jeffamine® T-3000。

[0052] 胺 2- 给一圆底烧瓶配置搅拌器、加热罩、氮气进口、热电偶和加料漏斗。在室温下向烧瓶中加入 1170 份(1.0 当量)的 Jeffamine® T-3000。然后加入 125.13 份(1.0 当量)的 N-乙基马来酰亚胺。烧瓶的温度上升到 60℃。然后将反应在 60℃ 保持 24 小时,此时碘量滴定表明反应进行完全。反应混合物冷却至室温。透明的近无色的最终产物的粘度为 1420 厘泊,胺值为 46.9:(理论胺值:43.3)。

[0053] 对比例 - 给一圆底烧瓶配置搅拌器、加热罩、氮气进口、热电偶和加料漏斗。在室温下向烧瓶中加入 500 份(0.5 当量)的 Jeffamine® T-3000。然后加入 62.6 份(0.5 当量)的马来酸二乙酯。烧瓶的温度上升到 60℃。然后将反应在 60℃ 保持 24 小时,此时碘量滴定表明反应只完成了 24%。将反应混合物冷却并在室温下保持 2 个月,此时碘量滴定表明向天冬氨酸酯的转化只完成了 50%。

[0054] 将实施例 1 中的样品与 Desmodur N-3300(NCO 含量为 21.8 重量%、当量重量为 192 的三聚己烷二异氰酸酯)以(NCO: NH)比率为 1 的指数手工混合。在 Brookfield 粘

度计上测量粘度。样品干燥时间通过对混合样品在玻璃上进行刮涂来测量。样品以 10 密耳湿进行刮涂。每隔 2 分钟,将一棉球压在刮涂面上以测试膜的固化。当棉球不留下印迹时,样品膜即完全固化。Shore D 硬度通过将混合样品倒入铝杯中并在 3 天后用 D-2 型 Shore 硬度计按 ASTM D2240 来测量。

产物	干燥时间(分钟)	贮存时间	Shore D(混合后 3 天)	膜外观
实施例 1	25	10	13	透明
胺 1	—	<<10 秒*	—	—
*太快以致于无法准备测试样				

[0055] 虽然在前文中为了举例说明的目的对本发明进行了详细的描述,但应理解,这些详细描写仅仅是为了该目的,本领域一般技术人员可对其进行修改,而不背离本发明的精神和范围,除由权利要求书所限制者。