[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int.Cl[7]
C09D175/02

[12]发明专利申请公开说明书

[21]申请号 00104706.X

[43]公开日 2000年9月27日

[11]公开号 CN 1267694A

[22]申请日 2000.3.23 [21]申请号 00104706.X

[30]优先权

[32]1999.3.23 [33]US [31]09/274,920

[71]申请人 气体产品与化学公司

地址 美国宾夕法尼亚州

[72]发明人 J·B·迪肯森

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 庞立志 钟守期

权利要求书5页 说明书12页 附图页数0页

[54]发明名称 喷涂用聚脲涂料用含附加异氰酸酯活性官能团的聚天冬氨酸酯

[57]摘要

一种制备聚脲涂层的方法,它包括:制备一种包含多异氰酸酯组分和异氰酸酯活性组分的涂料组合物,在基材上涂布该涂料组合物,并在低于100℃的温度使涂料组合物固化;其特征在于,该异氰酸酯活性组分包含马来酸—或富马酸的二酯与多胺成分的反应产物,该多胺成分包含具有两个伯氨基基团和至少一个能在低于100℃的温度与异氰酸酯起反应的其他官能团的多胺,该二酯及多胺成分按每当量总异氰酸酯活性基团不足1mol二酯的比例进行反应,生成的反应产物具有至少10eq%的未反应异氰酸酯活性基团。

ISSN1008-4274

权　利　要　求　书

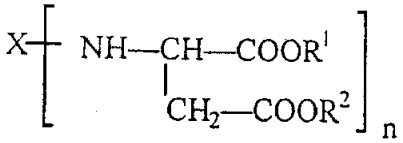
1. 一种制备聚脲涂层的方法，它包括：制备包含多异氰酸酯组分和异氰酸酯活性组分的涂料组合物，在基材上涂布该涂料组合物，并在低于 100℃的温度使涂料组合物固化，改进之处包括，该异氰酸酯活性组分包含马来酸的二酯或富马酸的二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基基团和至少一个能在低于 100℃的温度下与异氰酸酯起反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按每当量总异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二酯的比例进行反应，生成的反应产物具有至少 10 eq%的游离异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团是脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺或者是伯、仲或叔醇。

2. 权利要求 1 的方法，其中多异氰酸酯组分是多异氰酸酯预聚物或半预聚物。

3. 权利要求 1 的方法，其中二酯与多胺成分是按每当量异氰酸酯活性基团 0.1～0.9 mol 二酯的比例进行反应的。

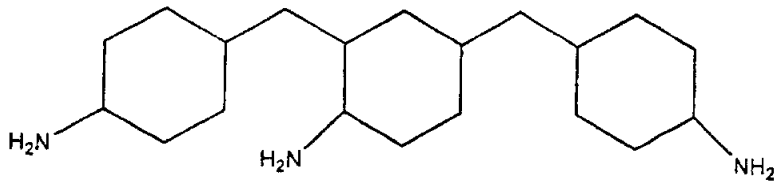
4. 权利要求 1 的方法，其中反应产物具有 25～50 eq%游离异氰酸酯活性基团。

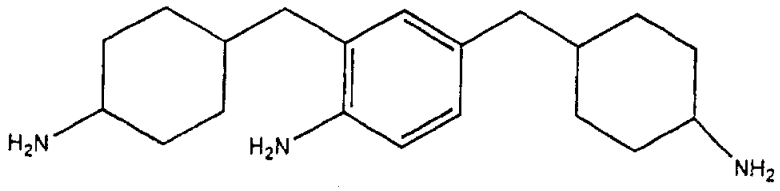
5. 权利要求 1 的方法，其中反应产物包含结构式为



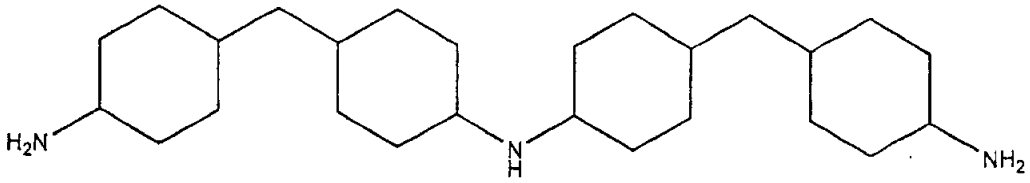
的至少一种聚天冬氨酸衍生物，其中 X 代表衍生自具有 n 个伯氨基及含有至少一个能在 100℃或更低温度与异氰酸酯基团起反应的其它官能团的化合物的有机基团，R^1 与 R^2 可彼此相同或不同，并代表 C1～C4-烷基，n 代表至少是 2 的整数。

6. 权利要求 5 的方法，其中多胺成分包含至少一种下列化合物





或



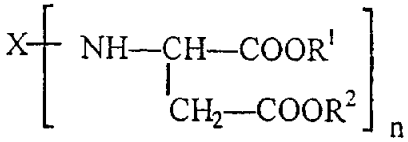
7. 权利要求 6 的方法，其中二酯是二甲基-或二乙基酯。

8. 权利要求 1 的方法，其中异氰酸酯活性组分还包含胺树脂、多羟基化合物或以上二者。

9. 一种喷涂聚脲弹性体，它是通过下列组分在低于 100℃的温度一起进行反应制备的，(a)多异氰酸酯预聚物或半预聚物组分以及(b)异氰酸酯活性组分，后者包含至少一种这样的化合物，它是马来酸-或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基并含至少一个能在低于 100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按照每当量异氰酸酯活性基团 0.1～0.9 mol 二酯的比例起反应，生成的反应产物具有至少 10eq%的游离未反应的异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团是脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者是伯、仲或叔醇；以及组分(a)与(b)通过喷枪合并在一起。

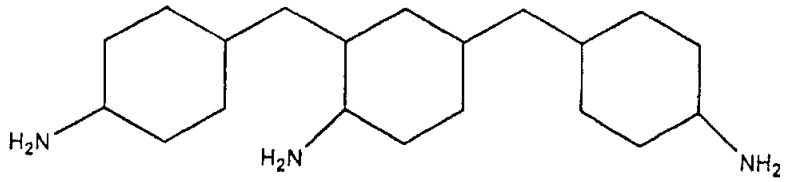
10. 权利要求 9 的弹性体，其中反应产物具有 25～50 eq%的游离异氰酸酯活性基团。

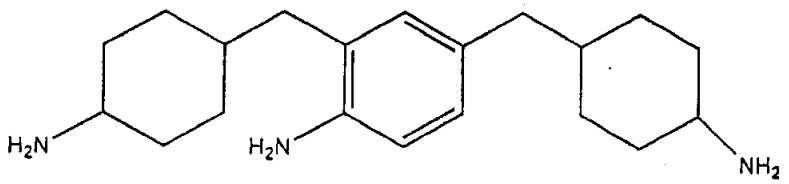
11. 权利要求 9 的弹性体，其中反应产物包含结构式为



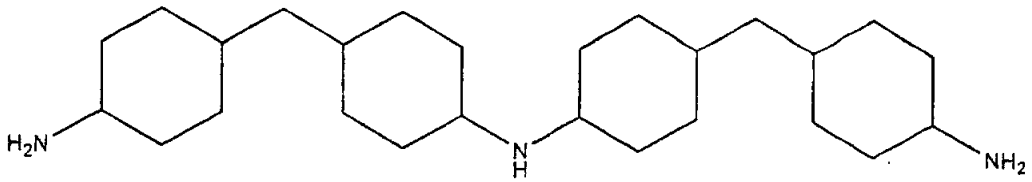
的至少一种聚天冬氨酸衍生物，其中 X 代表有机基团，其衍生自具有 n 个伯氨基并含至少一个能在 100℃或更低温度与异氰酸酯基团起反应的其它官能团的化合物，R^1 与 R^2 可彼此相同或不同，并代表 C1～C4-烷基，n 代表至少是 2 的整数。

12. 权利要求 9 的弹性体，其中多胺成分包含至少一种下列化合物



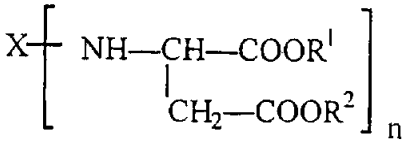


或



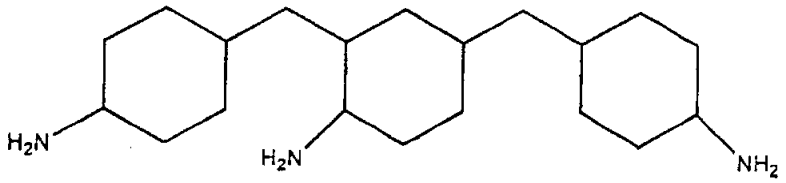
13. 权利要求 9 的弹性体，其中异氰酸酯活性基团组分还包含胺树脂、多羟基化合物或以上二者。

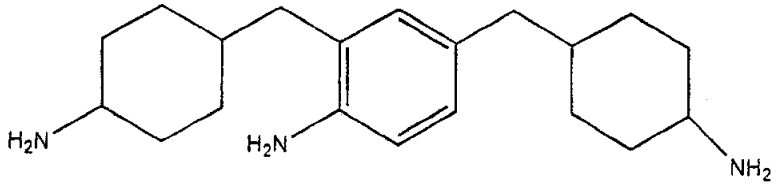
14. 权利要求 10 的弹性体，其中反应产物包含结构式为



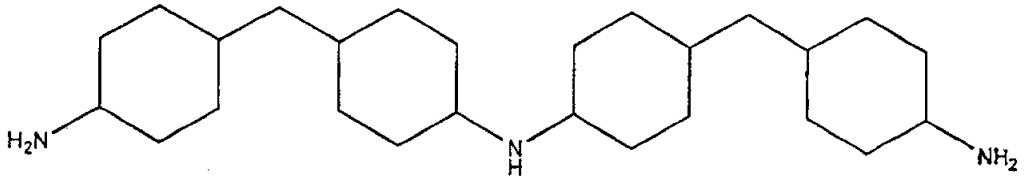
的至少一种聚天冬氨酸衍生物，其中 X 代表有机基团，其衍生自具有 n 个伯氨基并含至少一个能在 100℃或更低温度与异氰酸酯基团起反应的其它官能团的化合物，R^1 与 R^2 可彼此相同或不同，并代表甲基或乙基基团，n 代表 2 或 3 的整数。

15. 权利要求 14 的弹性体，其中多胺成分包含至少一种下列化合物





或

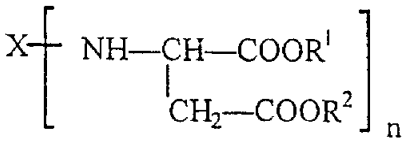


16. 权利要求 15 的弹性体，其中异氰酸酯活性组分还包含胺树脂、多羟基化合物或以上二者。

17. 一种异氰酸酯活性组合物，其包含至少一种这样的化合物，它是马来酸-或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基基团及至少一个能在低于 100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按照每当量异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二酯的比例起反应，生成的反应产物具有 10～90eq%

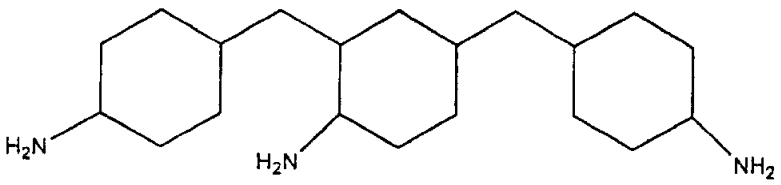
的游离异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团是脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者是伯、仲或叔醇。

18. 权利要求 17 的组合物，其中反应产物包含结构式为

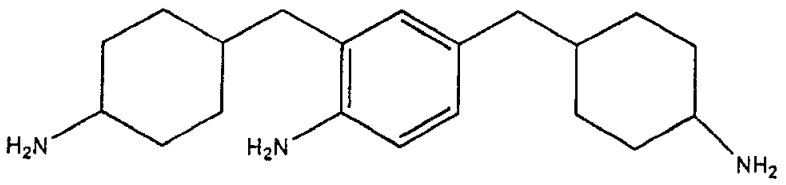


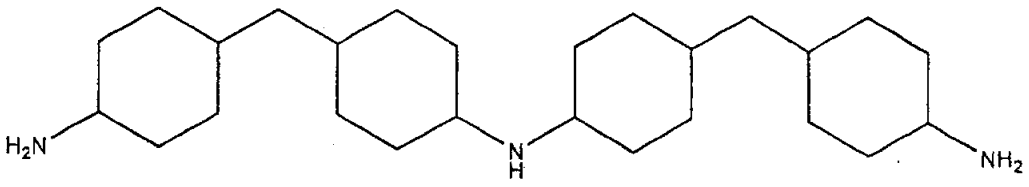
的至少一种聚天冬氨酸衍生物，其中 X 代表有机基团，其衍生自具有 n 个伯氨基基团并含至少一个能在 100℃或更低温度与异氰酸酯基团起反应的其它官能团的化合物，R^1 与 R^2 可彼此相同或不同，并代表甲基或乙基基团，n 代表是 2 或 3 的整数。

19. 权利要求 18 的组合物，其中多胺成分包含至少一种下列化合物



或





20. 权利要求 19 的组合物，其中异氰酸酯活性组分还包含胺树脂、多羟基化合物或以上二者。

说　　明　　书

喷涂用聚脲涂料用含附加异氰酸酯活性官能团的聚天冬氨酸酯

本发明涉及一种含由多胺的伯氨基基团与马来酸-或富马酸二酯反应生成的仲氨基基团的多胺，及其作为聚脲涂料组合物的胺增链剂的应用，该聚脲涂料组合物特别是喷涂用聚脲组合物。

关于聚脲弹性体这一主题，已公开了大量文献，参见 U.S. 5,162,388。

喷涂聚脲体系基于涉及异氰酸酯半预聚物与胺共反应物，通常为一种胺树脂掺混物，的双组分技术。典型地，此种体系包含异氰酸酯组分，亦称之为 iso 或 A 组分，以及胺组分，亦称之为树脂或 B 组分。典型的 A 组分是 4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯(MDI)半预聚物、单体 MDI，以及任选地作为稀释剂的碳酸 1,2-亚丙酯。典型的 B 组分包含一种或多种聚(氧亚丙基)二胺或三胺、一种或多种胺增链剂，以及任选地颜料、填料及其他添加剂。

喷涂用聚脲涂料中使用的主要增链剂是二乙基甲苯二胺(DETDA)。然而，DETDA 存在着严重的缺陷：(1)其对异氰酸酯的反应性过强，致使典型配制物中的胶凝时间仅约 3～4 s，以及(2)据发现，它导致试验动物出现恶性肿瘤。特别是，胶凝时间短于 4 s 的体系表现出流动及流平性能差，以及对无底漆混凝土的附着力差。胶凝时间大于约 20 s 的体系使得诸如地板之类的设施不能逐喷涂聚脲涂布技术的使用者所愿迅速投入使用。

为克服 DETDA 的反应性问题，工业上的普遍做法是用辅助增链剂，如 N,N'-双(仲丁基)亚甲基二苯胺，代替至少一部分该增链剂。采用 DETDA 与该二苯胺衍生物的适当组合使得调配者能够获得合适的胶凝时间。然而，二苯胺衍生物的引入又带来下列的忧虑：(1)显著增加的体系成本，以及(2)固化弹性体涂层物理性能及耐化学侵蚀能力的降低。物理性能及耐化学性能的此种降低可能是由于下列事实造成：二苯胺衍生物是一种二仲胺，而 DETDA 则是一种二伯胺。仲胺与异氰酸酯反应生成三取代的脲，与伯胺-异氰酸酯之间反应生成的二取代脲相比，它也许不能形成相同程度的氢键。氢键，据信，对典型喷涂

用聚脲涂料的优异物理性能及耐化学性作出贡献。

U.S. 5,126,170 及 U.S. 5,236,741 公开了一种制备聚氨酯涂层的方法，包括:在基材上涂布一种涂料组合物，包含多异氰酸酯组分，并含至少一种对应于聚天冬氨酸衍生物的化合物的异氰酸酯活性组分；然后在 100℃或更低的温度固化该涂料组合物。

U.S. 5,442,034 公开了一种由(A)组分与(B)组分组成的喷涂聚脲弹性体，其中(A)组分包含由异氰酸酯与诸如聚氧亚烷基多胺之类含活性氢物质制成的假-预聚物。(B)组分包括胺树脂，如胺端基的聚氧亚烷基多胺，它可与假预聚物的聚氧亚烷基多胺相同或不同。(A)组分的粘度通过加入有机亚烷基碳酸酯而降低。

U.S. 3,639,418 公开了含乙内酰脲基团的羧酸酯，它可这样来制备:亚乙基-1,2-羧酸二酯与伯多胺起反应生成含氨基琥珀酸基团的中间体，该中间体再与单异氰酸酯反应，所生成的已反应中间体立即或以后进行环化。

本发明涉及一种制备聚脲涂层的方法，包括:在基材上涂布一种涂料组合物，该组合物包含

(a)多异氰酸酯组分以及

(b)异氰酸酯活性组分，包含至少一种这样的化合物，它是马来酸-或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基基团及至少一个能在低于 100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按照每当量异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二酯的比例起反应，生成的反应产物具有至少 10 当量百分数(eq%)的游离的，即，未反应的异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团包含脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者伯、仲或叔醇;

以及在 100℃或更低的温度使涂料组合物固化。

作为另一种实施方案，本发明提供一种喷涂聚脲弹性体，它是通过下列组分在一起进行反应制备的，(a)多异氰酸酯组分以及(b)异氰酸酯活性组分，后者包含至少一种这样的化合物，它是马来酸-或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基基团及至少一个能在低于 100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按照每当量异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二

酯的比例起反应，生成的反应产物具有至少 10eq%的游离的，即未反应的异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团包含脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者伯、仲或叔醇；然后组分(a)与(b)通过喷枪合并在一起。

本发明的又一种实施方案提供一种异氰酸酯活性组合物，包含至少一种这样的化合物，它是马来酸-或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，该多胺成分包含具有两个伯氨基基团及至少一个能在低于 100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该二酯及多胺成分按照每当量异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二酯的比例起反应，生成的反应产物具有至少 10eq%的游离异氰酸酯活性基团，该异氰酸酯活性官能团包含脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者包含伯、仲或叔醇。

本发明的优点在于，它提供一种反应性合适且为毒理学所接受的聚脲涂料用胺增链剂。该胺增链剂，当被包括在喷涂用聚脲涂料配制物中时，可提供 5～20 s 的合适胶凝时间。

用作本发明多异氰酸酯组分(a)的合适多异氰酸酯包括聚氨酯和聚脲化学中已知的各种多异氰酸酯，例如包括六亚甲基二异氰酸酯、亚苯基二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯(TDI)及 4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯(MDI)。特别合适的是 2,4-及 2,6-TDI，可单独地或者如同其市售的混合物形式那样，合在一起使用。其他合适的异氰酸酯是商业上称之为“粗 MDI”的二异氰酸酯混合物，亦称 PAPI，它包含约 60%4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯以及其他异构体及类似的更高级多异氰酸酯。

然而优选的是，使用这些单体多异氰酸酯的衍生物，正如涂料技术上所常用的那样。这些衍生物包括含缩二脲基团的多异氰酸酯、含异氰尿酸酯基团的多异氰酸酯、含氨基甲酸酯基团的多异氰酸酯、含碳化二亚胺基团的多异氰酸酯以及含脲基甲酸酯基团的多异氰酸酯。参见 U.S. 5,126,170 及其中援引的有关此类单体多异氰酸酯衍生物的专利文献。

同样合适的是此类多异氰酸酯的“预聚物”，其中包含多异氰酸酯与聚醚或聚酯多元醇的部分预反应的混合物。以上面所举单体、简单或改性多异氰酸酯与多元醇为基础的含异氰酸酯基团的预聚物及半预聚物，亦称假预聚物，乃是优选使用的多异氰酸酯组分(a)。这

些预聚物及半预聚物通常具有约 0.5～30 wt%，优选约 1～20 wt%的异氰酸酯含量，且可按照已知的方式由上述原料的反应来制备，反应原料的 NCO/OH 当量比，对于“正常”预聚物来说，为约 1.05:1～10:1，优选约 1.1:1～3:1，而对于半预聚物，则为 6:1～10:1。为获得“正常”预聚物，该反应完成后，通常再蒸馏移出任何未反应的挥发性原料多异氰酸酯；而当制备半预聚物时，则产物不进行蒸馏，因此一般将包含大量未反应的原料多异氰酸酯。

这些预聚物及半预聚物宜于由分子量在 62～299 范围的低分子量多元醇制备，例如乙二醇、丙二醇、三羟甲基丙烷、1,6-二羟基己烷；这些多元醇与下面将要例举的那类二羧酸的低分子量含羟基酯；这些多元醇的低分子量乙氧基化和/或丙氧基化产物；以及上述多元、改性或未改性的醇的混合物。

然而，上述预聚物及半预聚物优选由聚氨酯化学已知的较高分子量多羟基化合物或多元醇来制备，这些多元醇的分子量在 300～约 8000，优选约 1000～5000 的范围，具体由官能度及羟基值决定。这些多羟基化合物每分子具有至少两个羟基基团，一般具有约 0.5～17 wt%，优选约 1～5 wt%的羟基含量。

可用于制备预聚物及半预聚物的合适的较高分子量多羟基化合物的实例，包括基于上述低分子量单体多元醇与多羧酸的聚酯多元醇，其中多羧酸例如是己二酸、癸二酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸、对苯二甲酸、六氢邻苯二甲酸、马来酸、这些酸的酸酐以及这些酸和/或酸酐的混合物。含羟基基团的聚内酯，特别是聚-ε-己内酯，也适合用于制备预聚物及半预聚物。

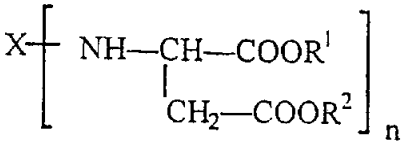
聚醚多元醇，可按照已知的方式通过适当起始分子的烷氧基化获得，也适合用于制备含异氰酸酯基团的预聚物及半预聚物。用于制备聚醚多元醇的合适起始分子的实例包括上面所描述的单体多元醇、水、具有至少两个 NH 键的有机多胺以及上述起始分子的任意混合物。环氧乙烷和/或环氧丙烷是该烷氧基化反应特别宜于采用的烯化氧。这些烯化氧可按照任意顺序或者作为混合物被引入到烷氧基化反应中。

适合制备预聚物及半预聚物的还有含羟基基团的聚碳酸酯，它们可通过上面所描述的单体二元醇与光气及二芳基碳酸酯，如碳酸二苯

酯，之间的反应来制备。

组分(b)可全部或部分地基于马来酸或富马酸的二酯，即马来酸二酯或富马酸二酯与多胺成分的反应产物，其中该多胺成分包含具有两个伯氨基基团及至少一个能在低于100℃的温度与异氰酸酯反应的其他官能团的多胺，该异氰酸酯活性官能团是脂族或芳族伯胺、非天冬氨酸酯的脂族或芳族仲胺，或者是伯、仲或叔醇。该二酯及多胺成分按照每当量多胺成分中的异氰酸酯活性基团不足1 mol，优选0.1～0.9 mol，最优选0.5～0.75 mol二酯的比例起反应，生成的反应产物具有至少10eq%，优选10～90 eq%，最优选25～50 eq%的游离异氰酸酯活性基团.

该反应产物将包含至少一种对应于通式I的化合物，即，一种聚天冬氨酸衍生物：



I

其中X代表有机基团，由具有n个伯氨基基团并包含至少一个能在100℃或更低温度与异氰酸酯基团起反应的官能团的化合物衍生而来，R^1与R^2可彼此相同或不同，并代表在100℃或更低的温度对异氰酸酯基团为惰性的有机基团，特别是C1～C4-烷基基团，n代表至少是2，优选2或3的整数。

对应于上式的聚天冬氨酸衍生物包括那些在式中X代表，通过从含至少3个氨基氮，其中两个是伯胺的多胺如二亚乙基三胺及三亚乙基四胺上脱去氨基基团之后获得的二价烃基。X还可代表通过从含至少两个伯胺及至少一个可以是伯、仲或叔羟基的羟基官能团，的诸如N,N-双(氨丙基)单乙醇胺之类多胺上脱去两个伯氨基基团之后获得的二价烃基。这些聚天冬氨酸衍生物可按照已知的方式由对应于通式II的伯多胺



II

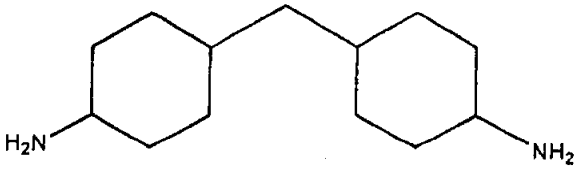
与对应于通式III的马来酸-或富马酸二酯

$R^1OOC—CH=CH—COOR^2$ III

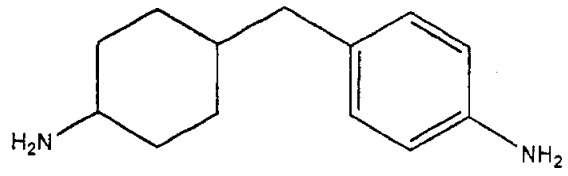
起反应来制备。

还可使用两种或更多种符合通式II的多胺的混合物，或者一种或多种所述多胺与诸如下列的二胺的混合物：例如乙二胺、1,2-丙二胺、1,4-丁二胺、1,6-己二胺、2,5-二甲基己二胺、2,2,4-和/或2,4,4-三甲基-1,6-己二胺、1,11-十一烷二胺、1,12-十二烷二胺、1-氨基-3,3,5-三甲基-5-氨甲基环己烷、2,4-和/或2,6-六氢甲苯二胺、2,4'-和/或4,4'-二环己基甲二胺及3,3'-二甲基-4,4'-二环己基甲二胺。芳族多胺，如2,4-和/或2,6-甲苯二胺及2,4'-和/或4,4'-二苯甲烷二胺也是合适的，但不那么优选。含连接在脂族链上的伯氨基基团的较高分子量聚醚多胺，如由Huntsman按Jeffamine商品名销售的产品，也是合适的。

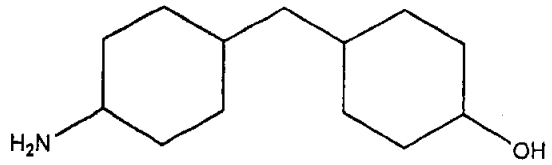
特别适合与马来酸二酯或富马酸二酯起反应的多胺混合物是ANCAMINE® 2168固化剂，它包含下列成分：



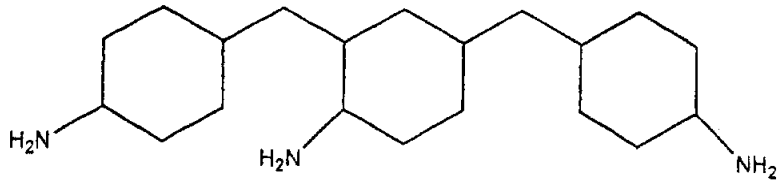
2-10 wt%



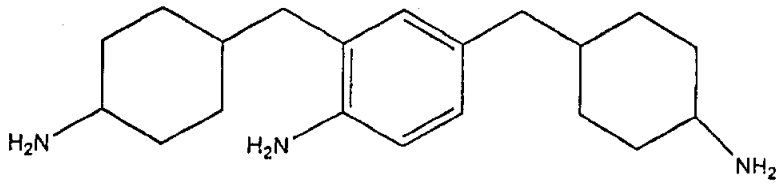
5-17 wt%



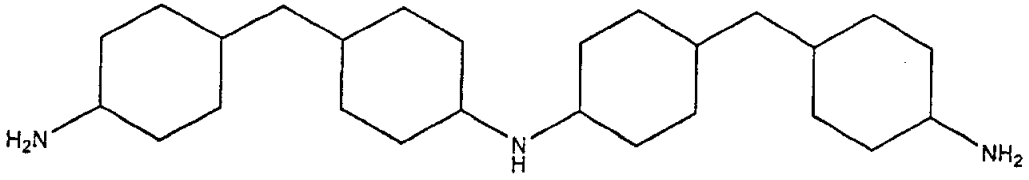
0.5-2 wt%



15-22 wt%



35-50 wt%



8-20 wt%

作为多胺成分，使用上述含 3 个氨基基团的化合物中任何一种或其任意组合，也是合意的。

当使用多胺混合物作为多胺成分时，唯一的要求是，混合物具有的伯氨基官能度至少是 2，且总异氰酸酯活性基团官能度大于 2，这样，当按每当量在多胺成分中的异氰酸酯活性基团不足 1 mol 二酯的比例反应时，所提供的产物将具有至少 10 eq%游离、未反应异氰酸酯

活性基团。

适合用于制备该化合物的马来酸二酯或富马酸二酯的实例包括马来酸和富马酸的二甲基、二乙基及二正丁基酯。

由上述原料制备“聚天冬氨酸衍生物反应产物”，可在例如 0~100℃的温度进行，其中所采用的原料比例应满足条件：对于每个异氰酸酯活性基团存在小于 1，优选小于 0.9 个烯烃双键。过量的原料可在反应后通过蒸馏移出。反应可在无溶剂条件下，或者在适当溶剂的存在下进行，例如在甲醇、乙醇、丙醇、二氧杂环己烷以及此类溶剂的混合物中。

存在于本发明涂料组合物中的基料主要是基于多异氰酸酯组分(a)与含对应于通式I仲多胺反应产物的异氰酸酯活性组分(b)的混合物，或者是基于多异氰酸酯组分(a)与含仲多胺反应产物及其他异氰酸酯活性化合物的异氰酸酯活性组分(b)的混合物。

这些任选使用的其他异氰酸酯活性化合物可以是胺树脂，如聚氧亚丙基胺，或者是聚氨酯化学所已知的有机多羟基化合物，包括上面关于制备预聚物及半预聚物所列出的低分子量多元醇及较高分子量多元醇。当包括多羟基化合物时，该产物是聚氨酯/脲。优选使用聚氧亚丙基胺。

在按照本发明使用的基料中，组分(a)及(b)的用量应足以提供约 0.8:1~20:1，优选约 0.8:1~2:1，更优选约 0.8:1~1.2:1，最优选约 1.1:1 的异氰酸酯基团对异氰酸酯活性基团的当量比。该任选的多羟基化合物在组分(b)中存在的量为，对于每个来自对应于通式I的化合物的仲氨基存在最高 20 个羟基，优选的是，羟基对仲氨基的当量比为约 10:1~1:10。

涂料组合物可通过各个组分合在一起混合制成，虽然，当存在该任选的多元醇时，可首先与对应于通式I的化合物进行混合。涂料组合物的制备在无溶剂条件下，或者在聚脲涂料中常用的溶剂存在下实施。本发明方法的优点在于，其溶剂的用量，与已知双组分体系的要求用量相比，大大减少。

合适溶剂的实例包括二甲苯、乙酸丁酯、甲基异丁基酮、乙酸甲氧基丙酯、N-甲基吡咯烷酮、石油烃、异丁醇、丁基乙二醇、氯苯以及此类溶剂的混合物。可使用上面提到的醇溶剂，条件是，不使用所

述任选的多元醇。

在该涂料组合物中，组分(a)及(b)的总量与溶剂量的重量比为约40:60～100:0，优选约60:40～90:10。

该涂料组合物还可包含聚脲涂料中常用的其他助剂及添加剂，特别是颜料、填料、流平剂、催化剂、防沉降剂等。

按本发明获得的涂层性质可，特别是，通过恰当选择原料组分(a)及(b)的性质及比例予以调节。譬如，不论在组分(a)和/或组分(b)的预聚物抑或半预聚物中，较高分子量线型多元醇的存在，将提高涂层的弹性，而倘若不存在此种原料成分，则将提高所获涂层的交联密度及硬度。

本发明喷涂用聚脲涂料体系的组分(a)及组分(b)是在高压下合并或混合的；最优选的是，它们在高压喷涂设备中直接进行冲击混合。具体地说，分别地，对应于组分(a)和(b)的第1和第2加压物流从比例调节器的两个分开的腔中送出，并以高速彼此冲击或撞击，以实现两种组分间的紧密混合，从而实现弹性体体系的配制，然后，弹性体体系的配制物再通过喷枪被涂布到目标基材上。

为实施本发明的方法，该涂料组合物借助诸如刷涂、浸涂或流涂之类的已知方法，利用辊筒或刮刀涂布器，或者特别是喷涂，在基材上施涂1层或多层。该方法适合在任何基材如金属、塑料、木材、玻璃或，特别是混凝土上的涂料配制物。

涂布到基材上之后，涂层可在约-20℃～100℃的温度下进行固化。固化优选采用风干或强制干燥在约10℃～80℃下进行。

实例1

1776 g(15.86 eq)混合的多环脂族胺(MPCA，Ancamine 2168固化剂)，被加热到60℃并倒入，备有加热罩、顶部冷凝器及加料漏斗的5 L四颈圆底烧瓶中。在MPCA上方维持氮气覆盖。在1小时之内，分8次，每次约250 g，加入1975.8 g(11.49 mol)马来酸二乙酯。反应混合物放热至82～83℃，在60℃下维持6 h，然后静置过周末。在本例中，加入了足够的马来酸二乙酯以与72.4 eq%可用的异氰酸酯活性基团起反应。

测定MPCA聚天冬氨酸酯(MPCA/PAE)的粘度随时间的变化，以确定反应完成的时间，结果如下表所示。

天数	粘度 (cps)
4	2,600
6	12,600
10	13,800
14	15,100
33	20,200
45	22,600

实例 2

基本上按照 US 3,598,782 中的实例制备了间二甲苯二胺与甲基异丁基酮(MXDA/MIBK)的还原反应产物。

实例 3

本例展示采用 Gusmer 喷枪设备制备喷涂聚脲涂层。所使用的各组分以重量份数表示。试验 A 是标准先有技术体系，试验 B 是按照本发明的体系。

	试验 A	试验 B
异氰酸酯组分 A		
Rubinate 9272	60	60
Mondur ML	30	30
碳酸 1,2-亚丙酯	10	10
当量	283.4	283.4
异氰酸酯活性组分 B		
Jeffamine D-2000	48.8	38.3
Jeffamine T-5000	5	
DETDA	19	
Unilink 4200	10	
MPCA/PAE-MXDA/MIBK(70/30 wt/wt)		44.5
环氧硅烷	0.8	0.8
灰色研磨粉	16.4	
浅灰研磨粉		16.4
异氰酸酯/胺重量比	1.00	1.00
异氰酸酯指数	1.13	1.51
胶凝时间(s)	8	13

所使用的材料如下：

Rubinate 9272 MDI-PPG2000 假预聚物，得自 ICI。

Mondur ML MDI uretonimine(缩脲亚胺),得自拜尔。

Jeffamine D2000 聚氧亚丙基二胺，得自 Huntsman。

Jeffamine T5000 聚氧亚丙基三胺，得自 Huntsman。

环氧硅烷，得自 Dow Corning。

Unilink 4200 N,N'-二(仲丁基)亚甲基二苯胺，得自 UOP 公司。

灰色研磨粉及浅灰研磨粉颜料被悬浮在 D2000 中。

表 1 中的数据显示，该增链剂在不使用诸如二乙基甲苯二胺或二烷基亚甲基二苯胺之类芳族二胺的条件下生成具有合适胶凝时间的聚脲喷涂涂料方面是有效的。

本发明提供一种特别适合喷涂用聚脲涂料组合物的胺增链剂。