



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109666439 A

(43)申请公布日 2019.04.23

(21)申请号 201811615273.1

C08G 18/42(2006.01)

(22)申请日 2018.12.27

(71)申请人 华威粘结材料(上海)股份有限公司

地址 201500 上海市金山区漕泾镇蒋庄村
2050号

(72)发明人 何万萍 张蕾蕾 明俊江

(74)专利代理机构 上海申新律师事务所 31272

代理人 竺路玲

(51)Int.Cl.

C09J 175/04(2006.01)

C09J 175/06(2006.01)

C09J 175/08(2006.01)

C09J 11/08(2006.01)

C08G 18/76(2006.01)

C08G 18/48(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种耐高温的PUR胶组合物及其制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种耐高温的PUR胶组合物,

聚酯多元醇 20-40wt%

聚醚多元醇 20-40wt%

其包含以下组分:增粘树脂 15-30wt%

抗氧化剂 0.5-2 wt%

MDI 8-15 wt%。

本发明还提供了该耐高温的PUR胶组合物的制备方法,该制备方法操作简单,适用于大规模工业化生产。该耐高温的PUR胶组合物适用于粘接金属制件和玻璃材质,其粘合15-30分钟后拉伸强度可达20kg,等到胶水完全固化,在100度烘箱中放置24小时后,拉伸强度仍然能够达到29kg,可见,该产品既能满足客户快速装配的需要,也能满足长时间耐热的要求。因此,本发明所述的耐高温的PUR胶组合物及其制备方法均具有广阔的应用前景。

1. 一种耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,包含以下组分:

聚酯多元醇 20-40wt%

聚醚多元醇 20-40wt%

增粘树脂 15-30wt%

抗氧剂 0.5-2 wt%

MDI 8-15 wt%。

2. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述聚酯多元醇为聚己二酸己二醇酯。

3. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述聚醚多元醇为聚环丙二醇酯。

4. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述抗氧剂为受阻酚类抗氧剂。

5. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述增粘树脂为聚丙烯酸树脂。

6. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述耐高温的PUR胶组合物的固含量为100%。

7. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述耐高温的PUR胶组合物在120℃下的粘度为9000-12000cps。

8. 根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物,其特征在于,所述耐高温的PUR组合物的NCO含量为1.5-2.5%。

9. 一种根据权利要求1所述的耐高温的PUR胶组合物的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1,将融化成液体的聚酯多元醇,聚醚多元醇以及抗氧剂加入至密闭的反应容器中,开启加热套温度至140℃,搅拌速度设置为100转/分钟,持续搅拌;

步骤2,边搅拌,边缓慢将增粘树脂加入至该反应容器中,加毕,将搅速度调节至150转/分钟,持续搅拌;

步骤3,待增粘树脂完全溶解于体系液体后,缓慢开启抽真空设备,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,保持60分钟;

步骤4,破真空,将搅拌速度调节至100转/分钟,迅速将MDI加入至反应容器内,密闭容器,搅拌速度调节至150转/分钟,抽真空,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,持续搅拌;

步骤5,检测产品的表观粘度和NCO含量,合格后,出料。

10. 根据权利要求9所述的制备方法,其特征在于,步骤1中持续搅拌的时间为5~15分钟,步骤2中持续搅拌的时间为20~40分钟,步骤4中持续搅拌的时间为100~120分钟。

一种耐高温的PUR胶组合物及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及胶粘剂技术领域,特别涉及一种耐高温的PUR胶组合物,还涉及该耐高温的PUR胶组合物的制备方法。

背景技术

[0002] 耐高温单组分湿气固化聚氨酯胶是应用于镀锌板和玻璃的粘合剂。干胶膜具有最终粘接强度高,耐热好,良好的抗水性、抗溶剂性、抗油/脂性能。

[0003] 目前市场上的一些需加热的小家电的部件的粘接,主要是使用硅胶类胶粘剂。实际使用过程中,人们发现硅胶类胶粘剂虽然粘接强度和耐热性很好,但是它们却固化得比较慢,尤其是在寒冷的冬天,通常需要好几个星期的时间才能完全固化。因此,为了解决以上问题,亟需提供一种能够在短时间内固化的,同时有着优良粘接强度及耐热性的胶粘剂。

发明内容

[0004] 针对现有技术中存在的种种缺陷,本发明旨在提供一种新的制备工艺,用于制备出一种耐高温单组分湿气固化的聚氨酯胶,其既能够在短时间内固化,又能够表现出优异的粘接强度与耐热性。

[0005] 因此,本发明第一方面提供了一种耐高温的PUR胶组合物,其包含以下组分:

聚酯多元醇 20-40wt%

聚醚多元醇 20-40wt%

[0006] 增粘树脂 15-30wt%

抗氧化剂 0.5-2 wt%

MDI 8-15 wt%。

[0007] 其中,MDI指的是4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯。

[0008] 优选地,在上述耐高温的PUR胶组合物中,所述聚酯多元醇为聚己二酸己二醇酯。

[0009] 优选地,在上述耐高温的PUR胶组合物中,所述聚醚多元醇为聚环丙二醇酯。

[0010] 优选地,在上述耐高温的PUR胶组合物中,所述抗氧化剂为受阻酚类抗氧化剂。

[0011] 优选地,在上述耐高温的PUR胶组合物中,所述增粘树脂为聚丙烯酸树脂。

[0012] 优选地,上述耐高温的PUR胶组合物的固含量为100%。

[0013] 优选地,上述耐高温的PUR胶组合物在120℃下的粘度为9000-12000cps。

[0014] 优选地,上述耐高温的PUR胶组合物的NCO含量为1.5-2.5%。

[0015] 同时,本发明第二方面还提供了第一方面所述的耐高温的PUR胶组合物的制备方法,其包括以下步骤:

[0016] 步骤1,将融化成液体的聚酯多元醇,聚醚多元醇以及抗氧化剂加入至密闭的反应容器中,开启加热套温度至140℃,搅拌速度设置为100转/分钟,持续搅拌;

[0017] 步骤2,边搅拌,边缓慢将增粘树脂加入至该反应容器中,加毕,将搅速度调节至

150转/分钟,持续搅拌;

[0018] 步骤3,待增粘树脂完全溶解于体系液体后,缓慢开启抽真空设备,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,保持60分钟;

[0019] 步骤4,破真空,将搅拌速度调节至100转/分钟,迅速将MDI加入至反应容器内,密闭容器,搅拌速度调节至150转/分钟,抽真空,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,持续搅拌;

[0020] 步骤5,检测产品的表观粘度和NCO含量,合格后,出料。

[0021] 优选地,在上述制备方法中,步骤1中持续搅拌的时间为5~15分钟,步骤2中持续搅拌的时间为20~40分钟,步骤4中持续搅拌的时间为100~120分钟。

[0022] 总之,本发明所提供的技术方案具有以下有益效果:

[0023] 本发明所提供的制备方法操作简单,适用于大规模工业化生产。并且,依据该制备方法生产得到的耐高温的PUR胶组合物适用于粘接金属制件和玻璃材质,其粘合15-30分钟后拉伸强度可达20kg,等到胶水完全固化,在100度烘箱中放置24小时后,拉伸强度仍然能够达到29kg,可见,该产品既能满足客户快速装配的需要,也能满足长时间耐热的要求。因此,本发明所述的耐高温的PUR胶组合物及其制备方法均具有广阔的应用前景。

具体实施方式

[0024] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步阐述,但本发明并不限于以下实施方式。

[0025] 根据本发明的一个优选实施方式的耐高温的PUR胶组合物,其包含以下组分:

聚酯多元醇(来源: 赢创 Dynacoll 7320) 24-35wt%

聚醚多元醇(来源: 陶氏 VORANOL 2120) 25-36wt%

[0026] 增粘树脂(来源: 博立尔丙烯酸树脂 MB-4-G) 18-28wt%

抗氧剂(来源: 巴斯夫抗氧剂 1010) 1-2 wt%

MDI(来源: 万华 WANNATE MDI-100) 10-13 wt%。

[0027] 在一个优选实施例中,所述聚酯多元醇为聚己二酸己二醇酯。

[0028] 在一个优选实施例中,所述聚醚多元醇为聚环丙二醇酯。

[0029] 在一个优选实施例中,所述抗氧剂为受阻酚类抗氧剂。

[0030] 在一个优选实施例中,所述增粘树脂为聚丙烯酸树脂。

[0031] 在一个优选实施例中,所述耐高温的PUR胶组合物在120℃下的粘度为9000-12000cps。

[0032] 在一个优选实施例中,所述耐高温的PUR胶组合物的NCO含量为1.5-2.5%。

[0033] 根据本发明的一个优选实施方式的耐高温的PUR胶组合物的制备方法,包括以下步骤:

[0034] 步骤1,将融化成液体的聚酯多元醇,聚醚多元醇以及抗氧剂加入至密闭的反应容器中,开启加热套温度至140℃,搅拌速度设置为100转/分钟,持续搅拌10分钟;

[0035] 步骤2,边搅拌,边缓慢将增粘树脂加入至该反应容器中,加毕,将搅速度调节至150转/分钟,持续搅拌30分钟;

[0036] 步骤3,待增粘树脂完全溶解于体系液体后,缓慢开启抽真空设备,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,保持60分钟;

[0037] 步骤4,破真空,将搅拌速度调节至100转/分钟,迅速将MDI加入至反应容器内,密闭容器,搅拌速度调节至150转/分钟,抽真空,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,持续搅拌120分钟;

[0038] 步骤5,检测产品的表观粘度和NCO含量,合格后,出料。

[0039] 实施例1和2

[0040] 按表1中的配方称取原料,采取如下详细步骤以制备所述耐高温的PUR胶组合物:

[0041] 步骤1,将融化成液体的聚酯多元醇(来源:赢创DYNACOLL 7320),聚醚多元醇(来源:陶氏VORANOL 2120)以及抗氧剂(来源:巴斯夫抗氧剂1010)加入至密闭的反应容器中,开启加热套温度至140℃,搅拌速度设置为100转/分钟,持续搅拌10分钟;

[0042] 步骤2,边搅拌,边缓慢将增粘树脂(来源:博立尔丙烯酸树脂MB-4-G)加入至该反应容器中,加毕,将搅速度调节至150转/分钟,持续搅拌30分钟;

[0043] 步骤3,待增粘树脂完全溶解于体系液体后,缓慢开启抽真空设备,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,保持60分钟;

[0044] 步骤4,破真空,将搅拌速度调节至100转/分钟,迅速将MDI(来源:万华WANNATE MDI-100)加入至反应容器内,密闭容器,搅拌速度调节至150转/分钟,抽真空,待该反应容器内真空达到负0.09MPa±0.01后,持续搅拌120分钟;

[0045] 步骤5,检测产品的表观粘度和NCO含量,合格后,出料。

[0046] 此外,发明人还检测了所述耐高温的PUR胶组合物的各项物理指标,具体检测结果如表1所示(其中,各组分以重量百分数计):

[0047] 表1耐高温的PUR胶组合物样品的检测结果

项目	实施例 1	实施例 2
聚酯多元醇	30	40
[0048] 聚醚多元醇	29.3	24.5
增粘树脂	25	20
抗氧剂	0.7	0.5
MDI	15	15
[0049] 表观粘度(120℃)/cps	12500	10080
NCO%	1.6	2.1

[0050] 并且,上表中的表观粘度与NCO含量的测试方法如下所述:

[0051] 表观粘度检测

[0052] 粘度是液体在流动时,在其分子间产生内摩擦的一种粘性性质,粘性的大小用粘度表示,是用来表征液体性质相关的阻力因子,单位为Pa·s,表征为将两块面积为1m²的板浸于液体中,两板距离为1m,若加1N的切应力,使两板之间的相对速率为1m/秒,则此液体的

粘度为 $1\text{Pa}\cdot\text{s}$, $1\text{Pa}\cdot\text{s}=1000\text{mPa}\cdot\text{s}=1000\text{cps}$ 。

[0053] 表观粘度使用Brookfield DV-II粘度计进行测试,具体包括如下步骤:

[0054] (1) 样品制备:直接用规定容器盛取,应该均匀无气泡,量在2/3处。

[0055] (2) 操作步骤:

[0056] I同种试样应该选择适宜的相同转子和转速,使读数在刻度盘的20%~80%范围内;

[0057] II将盛有试样的容器放入恒温水浴中,使试样温度与试验温度平衡,并保持试样温度均匀;

[0058] III将转子垂直浸入试样中心部位,并使液面达到转子液位标线(有保护架应装上);

[0059] IV开动旋转粘度计,读数旋转时指针在圆盘上不变时的读数;

[0060] V每个试样测定三次。

[0061] NCO含量的检测

[0062] 利用异氰酸酯基于过量的二正丁胺反应生产脲,再用盐酸滴定过量的二正丁胺来定量计算异氰酸酯的含量。具体操作步骤包括:

[0063] (1) 称取3.5~6.5g预聚体,放入干燥过的烧瓶,加入25mL无水甲苯,盖上瓶盖,震荡使样品完全溶解。

[0064] (2) 用移液管加入20mL二正丁胺溶液(在容量瓶中,338ml二正丁胺用干燥的甲苯稀释到1000ml)

[0065] (3) 加入100mL无水异丙醇

[0066] (4) 用0.5ml溴酚兰溶液作指示剂,用1.0N的盐酸溶液滴定至黄色终点(取0.1g溴酚兰,加1.5ml的1N的NaOH溶液,用蒸馏水稀释至1000mL)。

[0067] (5) 做一空白试验,然后计算 $\% \text{NCO} = (\text{mL HCl空白} - \text{mL HCl样品}) / \text{样品重量} \times 4.2$ 。

[0068] 产品评定手段——初粘力测试和耐热性测试

[0069] 1) 基材:

[0070] 玻璃材质:市售

[0071] 金属制件:市售

[0072] 2) 上胶方式:点胶

[0073] 3) 初粘力测试:

[0074] 点胶机在玻璃材质施胶后,用手将金属制件压上,压合5秒钟,15-25分钟用拉力机测试拉伸强度。

[0075] 4) 耐热性测试:

[0076] 将施胶后的制件养护72小时,待胶完全固化后,在100℃的烘箱中放置24小时,取出后立即测试拉伸强度。

[0077] 检测结果表明,粘合15-30分钟后,产品拉伸强度可达20kg,等到胶水完全固化,在100℃烘箱中放置24小时后,拉伸强度仍然能够达到29kg。

[0078] 以上对本发明的具体实施例进行了详细描述,但其只是作为范例,本发明并不限制于以上描述的具体实施例。对于本领域技术人员而言,任何对本发明进行的等同修改和

替代也都在本发明的范畴之中。因此,在不脱离本发明的精神和范围下所作的均等变换和修改,都应涵盖在本发明的范围内。