



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109536112 B

(45) 授权公告日 2022.03.22

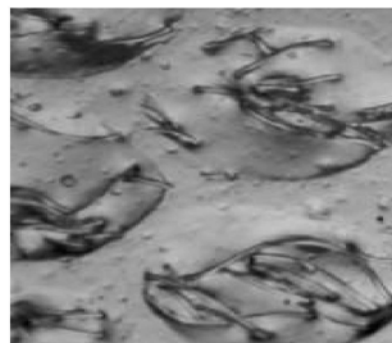
(21) 申请号 201811225315.0	C08G 18/42 (2006.01)
(22) 申请日 2018.10.20	C08G 18/76 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 109536112 A	(56) 对比文件 CN 108251040 A, 2018.07.06 CN 103059797 A, 2013.04.24 CN 104231228 A, 2014.12.24 US 2004071977 A1, 2004.04.15 Kim, DK 等. Synthesis of urethane craft copolymers with perfluoroalkyl and silicone-containing side chains and their surface properties. 《JOURNAL OF APPLIED POLYMER SCIENCE》. 1999, 第74卷 (第8期), 第2029-2038页.
(43) 申请公布日 2019.03.29	
(73) 专利权人 佛山市顺德区蓝德堡实业有限公司 地址 528322 广东省佛山市顺德区勒流镇龙升南路	审查员 汤淋淋
(72) 发明人 熊峰	
(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限公司 11429 代理人 杨文钊	
(51) Int. Cl. C09J 175/06 (2006.01)	权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开一种用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂及其制备方法,按重量百分比计,包括以下组分:95-100%的聚氨酯预聚体,0-5%的抗氧化剂和润湿剂;所述聚氨酯预聚体、抗氧化剂和润湿剂的混合总量为100%。本发明利用端羟基含硅树脂、端羟基氟碳树脂或其它含C8支链的二元醇和单体合成的高分子作为原料,生产出反应型湿固化热熔聚氨酯胶粘剂产品,这种热熔产品的异腈酸根基团含量为1-4%。与普通的复合面料热熔聚氨酯胶粘剂相比,本发明所做的热熔聚氨酯胶粘剂对于经过泼水剂处理的基材具有良好的附着力,并且粘度小使用温度低,手感柔和。



1. 用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂,其特征在於,按重量百分比计,包括以下组分:95-100%的聚氨酯预聚体,合计为0-5%的抗氧化剂和润湿剂,所述的聚氨酯预聚体由聚多元醇与异氰酸酯聚合而成;

所述热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法,包括以下步骤:

1) 将含硅多元醇、含氟碳多元醇之和与二聚酸按1:1.05的摩尔比,放置于反应釜中,在氮气保护下加热至210-240℃,脱水反应16-18h,直至酸值小于0.6;

2) 将步骤1)制备好的产物与聚己内酯及润湿剂和抗氧化剂,加入到反应器中加热溶解至均匀态,然后真空脱水45-60min,在80-100℃下加入二异氰酸酯保持100-120℃反应4-8h,取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可。

2. 根据权利要求1所述的用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂,其特征在於,所述的异氰酸酯为二官能度的芳香族或脂肪族的异氰酸酯。

3. 根据权利要求2所述的用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂,其特征在於,所述异氰酸酯采用2,4-二异氰酸酯和4, 4'-二异氰酸酯的混合物、二苯基亚甲基二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、四甲基苯二甲基异氰酸酯中的任一种。

用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂及其制备方法,属于复合面料用胶粘剂领域。

背景技术

[0002] 防泼水面料具有泼水性好,透气性好,手感轻柔等特点,在户外运动防水成衣及帐篷等方面有着独特的优势。但是这种面料是经过含氟碳、硅类或C8处理剂处理过的。这就导致该种面料的表面能非常低。一般的粘合剂难以粘接。以往该类型的面料复合都是使用油性粘合剂,溶剂对泼水涂层起到处理作用,从而利于粘结。但是随着国家对环境管控以及人们对环保的要求越来越高,高性能且环保的胶黏剂的需求愈发迫切。

发明内容

[0003] 针对上述现有技术存在的问题,本发明提供一种用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂,粘度小、使用温度低,柔软度好且具有良好的经济性。

[0004] 为了实现上述目的,本发明采用的用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂,按重量百分比计,包括以下组分:95-100%的聚氨酯预聚体,合计为0-5%的抗氧化剂和润湿剂,所述的聚氨酯预聚体由聚多元醇与异氰酸酯聚合而成;

[0005] 所述热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法,包括以下步骤:

[0006] 1) 将含硅多元醇、含氟碳多元醇之和与二聚酸按1:1.05的摩尔比,放置于反应釜中,在氮气保护下加热至210-240℃,脱水反应16-18h,直至酸值小于0.6;

[0007] 2) 将步骤1) 制备好的产物与聚己内酯及润湿剂和抗氧化剂,加入到反应器中加热溶解至均匀态,然后真空脱水45-60min,在80-100℃下加入二异氰酸酯保持100-120℃反应4-8h,取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可。

[0008] 作为改进,所述的异氰酸酯为二官能度的芳香族或脂肪族。

[0009] 作为改进,所述异氰酸酯采用2,4-位二异氰酸酯和4,4'-二异氰酸酯的混合物、二苯基亚甲基二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、四甲基苯二甲基异氰酸酯中的任一种。

[0010] 与现有技术相比,本发明利用端羟基含硅树脂、端羟基氟碳树脂或其它含C8支链的二元醇和单体合成的高分子作为原料,生产出反应型湿固化热熔聚氨酯胶粘剂产品,这种热熔产品的异氰酸根基团含量为1-4%。

[0011] 为了提升对不同处理剂处理的防泼水基材的粘结力并且使最终产品稳定,本发明采用了两种措施:1) 生产出含不同类型处理剂相似结构的聚酯多元醇;2) 对现有的聚酯二元醇进行筛选,选择的标准为粘度小、玻璃化温度较低以及能够提供良好的附着力等性能。聚氨酯预聚体中的异氰酸根含量在1.5-6.0%之间。与普通的复合面料热熔聚氨酯胶粘剂相比,本发明所做的热熔聚氨酯胶粘剂对于经过泼水剂处理的基材具有良好的附着力,并且粘度小使用温度低,手感柔和。

附图说明

[0012] 图1为本发明显微镜胶点分析中胶点与基材接触不紧密的示意图；

[0013] 图2为本发明显微镜胶点分析中胶点与基材接触紧密的示意图；

[0014] 图3为本发明的拉力测试示意图。

具体实施方式

[0015] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚明了，下面对本发明进行进一步详细说明。但是应该理解，此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明，并不用于限制本发明的范围。

[0016] 除非另有定义，本文所使用的所有的技术术语和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同，本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的，不是旨在于限制本发明。

[0017] 一种用于防泼水面料贴合的热熔聚氨酯胶粘剂，按重量百分比计，包括以下组分：95-100%的聚氨酯预聚体，合计为0-5%的抗氧化剂和润湿剂；

[0018] 所述聚氨酯预聚体、抗氧化剂和润湿剂的混合总量为100%。

[0019] 作为改进，所述的聚氨酯预聚体由聚多元醇与异氰酸酯聚合而成。

[0020] 聚氨酯预聚体的起始制备原料中至少包括一种室温下为液态的组份，如液体聚醚多元醇或聚酯多(二)元醇，或聚醚与聚酯的混合物，考虑到聚酯多元醇具有良好的粘结性能，主要以聚酯多元醇为主。此外，本发明最为关键的在于选择含有不同类型处理剂相似结构的聚酯多元醇如端羟基含硅树脂、端羟基氟碳树脂或其它含C8支链的二元醇。

[0021] 本发明中所涉及的用于聚合反应的异氰酸酯可以是纯二苯基亚甲基二异氰酸酯MDI (4,4-diphenylenemethanediisocyanate)、2,4-位及4,4'-位二异氰酸酯的混合物，如万华M DI-50；或1,6-己二异氰酸酯(HDI)、异佛尔酮二异氰酸酯(Isophorone Diisocyanate IPDI)、氢化H12MDI等。这些异氰酸酯及其改性产品或其混合物在该发明中的用量为总量的15-35%，更倾向于20-30%。除了上述提及的异氰酸酯外。一般来说，二异氰酸酯的通式是OCN-R-NCO，R为非反应型基团。二异氰酸酯中的-NCO基团与氢氧基团或环氧基团反应。

[0022] 本发明采用一步法合成聚氨酯预聚体：即先将计算好的聚多元醇和添加物投入反应器中，加热溶解真空脱水，然后将计算好的异氰酸酯在氮气保护下加入反应。

[0023] 具体的的聚合工艺是：

[0024] 1) 将多元醇或二元醇和必要的添加剂相混合在90-140℃溶解至均相为止；

[0025] 2) 抽真空脱水去除水分约45-60分钟；

[0026] 3) 在氮气保护下，加入所需的异氰酸酯在90-140℃反应2-4小时，取样检测NCO达到理论以下，转速在60-150转/分之间；

[0027] 4) 再次抽真空脱水45-60分钟；

[0028] 5) 在氮气保护下出料，密封包装。

[0029] 另外，本发明还提供了一种所述热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法，包括以下步骤：

[0030] 1) 将含硅多元醇、含氟碳多元醇之和与二聚酸按1:1.05的摩尔比(根据需求可调)，放置于反应釜中，在氮气保护下加热至210-240℃，脱水反应16-18小时左右直至酸值

小于0.6为止；反应过程中利用氮气保护并使用高度真空以便快速脱水，反应完成后在融融状态下出料待用，产物的状态为高粘性的液体(或熔点较低的固体)，本发明中的聚合物其分子量在3000-4500之间，简称为AFS-X；

[0031] 2) 将步骤1) 制备好的AFS-X与聚己内酯以及润湿剂和抗氧化剂，加入到反应器中加热溶解至均匀态，然后真空脱水45-60min，在80-100℃下加入二异氰酸酯保持100-120℃反应4-8h，取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可，最后真空脱泡包装。

[0032] 实施例1

[0033] 一种热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法，包括以下步骤：

[0034] 1) 将含硅多元醇、含氟碳多元醇之和与二聚酸按1:1.05的摩尔比(根据需求可调)，放置于反应釜中，在氮气保护下加热至210℃，脱水反应18小时左右直至酸值小于0.6为止；反应过程中利用氮气保护并使用高度真空以便快速脱水，反应完成后在融融状态下出料待用，产物的状态为高粘性的液体(或熔点较低的固体)，本发明中的聚合物其分子量在3000-4500之间，简称为AFS-X；

[0035] 2) 将步骤1) 制备好的AFS-X与聚己内酯以及润湿剂和抗氧化剂，加入到反应器中加热溶解至均匀态，然后真空脱水45min，在80℃下加入二异氰酸酯保持100℃反应4h，取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可，最后真空脱泡包装。

[0036] 具体采用的各组分的用量如下表1所示。

[0037] 表1为实施例1中的各组分用量

	含量%	eq. wt.
AFS-3000 本发明聚合物	34.0	1500
聚己内酯 210cp	40.0	500
润湿剂	2.50	N/A
抗氧化剂	0.500	N/A
纯 MDI (万华 MDI-100)	23.000	125
120 °C 粘度值: 1500-2500 cps		1500

[0039] 实施例2

[0040] 对比实施例。

[0041] 热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法，包括以下步骤：将普通聚酯与聚己内酯以及润湿剂和抗老化剂，加入到反应器中加热溶解至均匀态，然后真空脱水45min，在80℃下加入二异氰酸酯保持100℃反应4h，取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可，最后真空脱泡包装。

[0042] 具体采用的各组分的用量如下表2所示。

[0043] 表2为实施例2中的各组分用量

	含量%	eq. wt.
普通聚酯	34.0	1500
聚己内酯 210cp	40.0	500
润湿剂	2.50	N/A
抗氧化剂	0.500	N/A
纯 MDI (万华 MDI-100)	23.000	125
120 °C 粘度值: 2500-3500 cps	2500	

[0045] 实施例3

[0046] 对比实施例。

[0047] 热熔聚氨酯胶粘剂的制备方法,包括以下步骤:将普通聚醚与聚己内酯以及润湿剂和抗老化剂,加入到反应器中加热溶解至均匀态,然后真空脱水45min,在80°C下加入二异氰酸酯保持100°C反应4h,取样测试粘度值和NCO值小于理论值即可,最后真空脱泡包装。

[0048] 具体采用的各组分的用量如下表3所示。

[0049] 表3为实施例3中的各组分用量

	含量%	eq. wt.
普通聚醚	34.0	1500
聚己内酯 210cp	40.0	500
润湿剂	2.50	N/A
抗氧化剂	0.500	N/A
纯 MDI (万华 MDI-100)	23.000	125
120 °C 粘度值: 1000-1500 cps	1000	

[0051] 上述各实施例的性能结果如下表4。

[0052] 表4为本发明各实施例的性能测试结果

	粘度 (cps) 120 °C	NCO%	5 小时加热粘度 升值 (%)	开放时间 (分钟)	剥离强度 N/3cm	耐水洗/10 个循环
实例 1	1500	3.42	8.2%	180	13.5	不开胶
实例 2	2500	3.42	9.1%	100	6.0	开胶
实例 3	1000	3.42	7.5%	较长	5.0	开胶

[0055] 分析表4可知,本发明制备的热熔聚氨酯胶粘剂粘度小、使用温度低,柔软度好。

[0056] 本发明上胶方式采用滚筒涂布方式,导热油温度控制在100-120℃,胶辊温度控制在100-110℃,胶温控制在90-100℃。采用TPU薄膜上胶,防泼水布压合收卷,上胶量控制在8-12g/m²,在25℃以及55%RH的湿度条件下固化3天进行性能测试及性能分析:

[0057] 其中,显微镜胶点分析如图1(实例2和实例3)、图2所示(实例1)。

[0058] 拉伸测试。试样制备:3cm宽度若干(通常为10条),薄膜进行保护处理;

[0059] 拉伸速度:100mm/min。具体结果如图3所示。

[0060] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换或改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。



图1

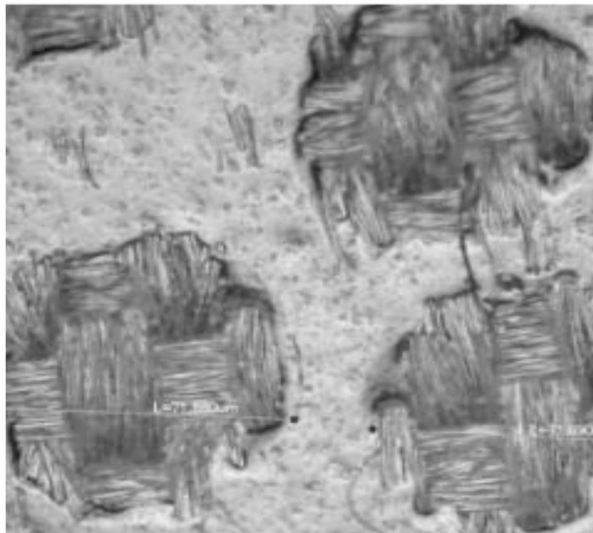


图2

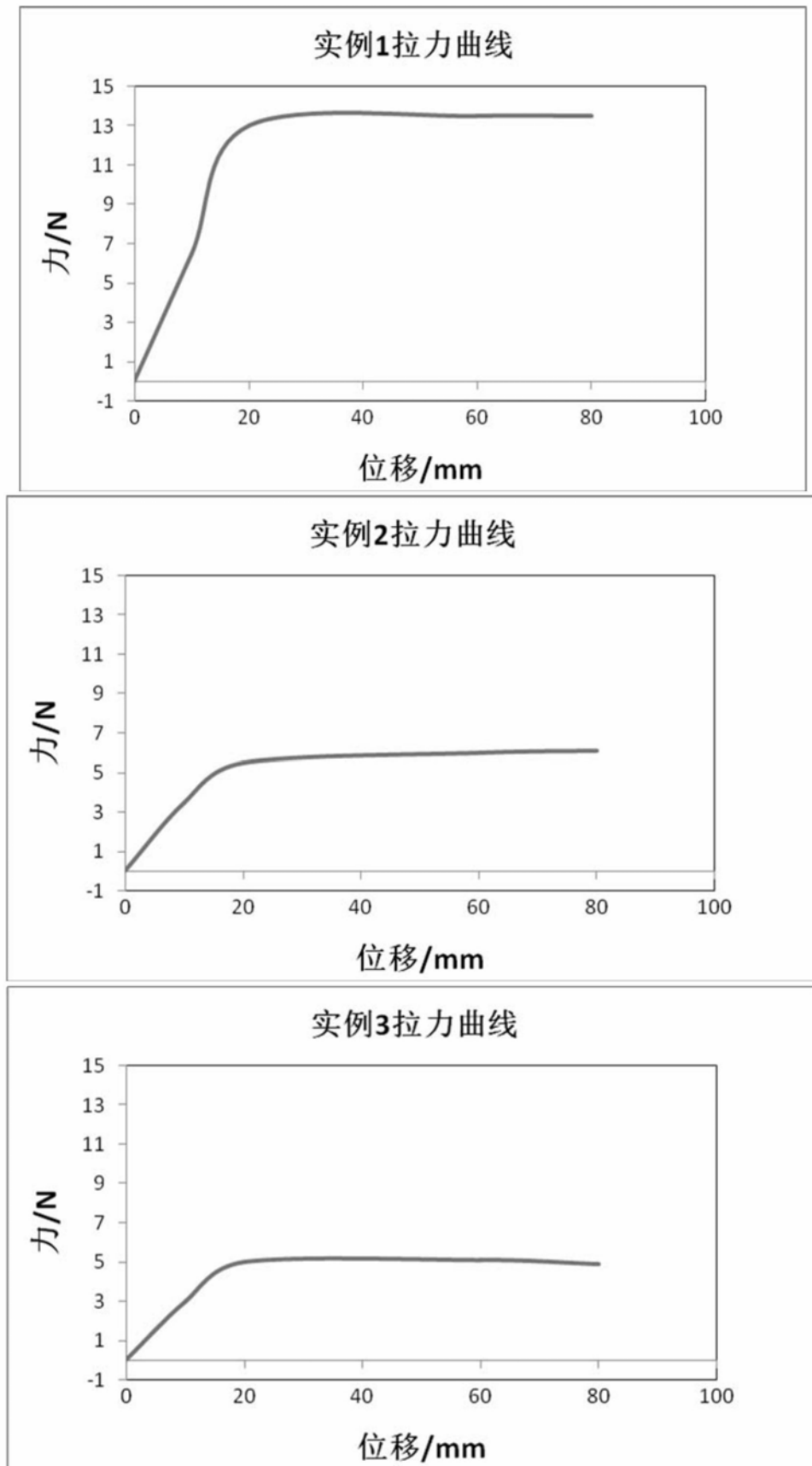


图3