



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102532477 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201110345102. 3

(22) 申请日 2011. 11. 04

(30) 优先权数据

10014383. 3 2010. 11. 08 EP

(71) 申请人 EMS 专利股份公司

地址 瑞士多马特

(72) 发明人 安德烈亚斯·卡普兰

(74) 专利代理机构 北京信慧永光知识产权代理
有限责任公司 11290

代理人 梁兴龙 张淑珍

(51) Int. Cl.

C08G 18/80 (2006. 01)

C08J 5/06 (2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

织物增强插入物用的粘合剂及其用途

(57) 摘要

本发明涉及一种用于生产增强橡胶产品的织物增强插入物用的粉末粘合剂,所述粘合剂可在水中分散。所述粘合剂含有至少部分封端的低分子异氰酸酯、润湿剂、粘结剂和可能的添加剂。

1. 一种织物增强插入物用的在水中可分散的粉末粘合剂,所述粘合剂由以下成分组成:

- (A) 35 ~ 95 重量%的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯,
- (B) 0.1 ~ 10 重量%的至少一种润湿剂,
- (C) 5 ~ 40 重量%的至少一种粘结剂,
- (D) 0 ~ 5 重量%的至少一种催化剂,和
- (E) 0 ~ 10 重量%的至少一种添加剂,

成分 (A) ~ (E) 的比例总计为 100 重量%。

2. 如权利要求 1 所述的粘合剂,其特征在于,所述粘合剂由以下成分组成:

(A) 52 ~ 90 重量%、特别是 61 ~ 84 重量%的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯,

- (B) 0.5 ~ 8 重量%、特别是 1 ~ 6 重量%的至少一种润湿剂,
- (C) 10 ~ 30 重量%、特别是 15 ~ 25 重量%的至少一种粘结剂,
- (D) 0.1 ~ 5 重量%、特别是 0.5 ~ 4 重量%的至少一种催化剂,和
- (E) 0.1 ~ 5 重量%、特别是 0.2 ~ 4 重量%的至少一种添加剂,

成分 (A) ~ (E) 的比例总计为 100 重量%。

3. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的可分散粉末的平均粒径为 50 ~ 5000 μm ,优选为 100 ~ 800 μm ,特别优选为 200 ~ 500 μm 。

4. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,将被封端的至少一种低分子异氰酸酯的摩尔质量小于或等于 500g/mol,优选为 90 ~ 400g/mol,特别优选为 150 ~ 300g/mol。

5. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,将被封端的至少一种低分子异氰酸酯是芳香族、脂肪族或脂环族异氰酸酯,特别是选自 4,4-二苯基甲烷二异氰酸酯 (4,4-MDI)、2,4-二苯基甲烷二异氰酸酯 (2,4-MDI)、3,4-二苯基甲烷二异氰酸酯 (3,4-MDI)、2,2-二苯基甲烷二异氰酸酯 (2,2-MDI)、2,3-二苯基甲烷二异氰酸酯 (2,3-MDI)、2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、1-异氰酸酯基-3-异氰酸酯基甲基-3,5,5-三甲基环己烷、1,4-萘二异氰酸酯 (1,4-NDI)、1,5-萘二异氰酸酯 (1,5-NDI)、异佛尔酮二异氰酸酯 (IPDI)、六亚甲基二异氰酸酯 (HDI) 或它们的混合物。

6. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯是部分阻断或完全阻断的,特别是使用选自以下的阻断剂:单酚类,特别是苯酚、间苯二酚、甲酚、三甲基苯酚或叔丁基苯酚;内酰胺类,特别是 ϵ -己内酰胺、 δ -戊内酰胺或月桂精内酰胺;脲类,特别是甲基乙基酮脲、甲基戊基酮脲或环己酮脲;易于形成烯醇的化合物,特别是乙酰乙酸酯、乙酰丙酮或丙二酸衍生物;伯醇、仲醇或叔醇类;二醇醚类;芳香族仲胺类;酰亚胺类;硫醇类;三唑类;以及它们的混合物。

7. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种润湿剂选自阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、含硅表面活性剂、全氟表面活性剂、亲水改性的聚烯烃以及它们的混合物。

8. 如权利要求 7 所述的粘合剂,其特征在于,所述表面活性剂选自皂类、烷基苯磺酸盐、线性烷基苯磺酸盐、烷烃磺酸盐、甲基酯磺酸盐、 α -烯烃磺酸盐、烷基硫酸盐、脂肪醇

硫酸盐、脂肪醇醚硫酸盐、脂肪醇聚乙二醇醚硫酸盐、脂肪醇聚乙二醇醚、烷基酚聚乙二醇醚、失水山梨醇脂肪酸酯、乙氧基失水山梨醇脂肪酸酯、烷基聚葡萄糖苷、脂肪酸葡萄糖酰胺、脂肪酸乙氧基化物、脂肪胺乙氧基化物、乙氧基三酰基甘油、两侧被烷基化的聚乙二醇醚、醇乙氧基化物、壬基酚乙氧基化物、聚甘油脂肪酸酯、脂肪酸烷醇酰胺、胺氧化物、烷基二甲基胺氧化物、烷基聚葡萄糖苷、蔗糖酯、失水山梨醇酯、脂肪酸葡萄糖酰胺、脂肪酸-N-甲基葡萄糖酰胺、两性电解质、甜菜碱、磺基甜菜碱、N-(酰氨基-烷基)甜菜碱、N-烷基-β-氨基丙酸酯、N-烷基-β-亚氨基丙酸酯、长链伯胺的盐、季铵盐、季磷盐、叔铈盐、吡啶盐、咪唑啉盐、噁唑啉盐、酯季铵盐、聚亚烷基二醇、烷氧基聚亚烷基二醇、聚砜、聚(丙烯酸2-羟基烷基酯)、聚(甲基丙烯酸2-羟基烷基酯)、环氧乙烷-环氧丙烷嵌段共聚物、聚乙二醇、聚丙二醇、聚环氧乙烷树脂、聚环氧丙烷、寡聚磷酸盐、多磷酸盐以及它们的混合物。

9. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种粘结剂选自乙烯醇-乙酸乙烯酯共聚物、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇、聚丙烯酸盐、聚丙烯酸共聚物的盐、多糖、淀粉、纤维素、瓜尔胶、黄芪酸、右旋糖酐、藻酸酯及其羧甲基、甲基、羟乙基、羟丙基衍生物、干酪素、大豆蛋白、明胶、木素磺酸盐以及它们的混合物。

10. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种粘结剂选自聚乙烯醇、聚丙烯酸盐、聚丙烯酸共聚物的盐以及它们的混合物。

11. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种催化剂选自金属钠、钾、铯、铷、银、镉、钡、铈、铀、钛、铬、锡、锑、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅、钙和/或锆的金属化合物。

12. 如前述权利要求之一所述的粘合剂,其特征在于,所述的至少一种添加剂优选选自消泡剂,特别是长链醇、高聚二醇、脂肪酸乙氧基化物、三烷基甲基胺、硅酮或它们的混合物,特别优选硅酮乳液形式的硅酮;着色剂,特别是碳黑;填料,特别是硅酸盐;以及它们的混合物。

13. 一种制备织物增强插入物用的在水中可分散的粉末粘合剂的方法,包括以下步骤:

(1) 搅拌下制备由(A)35~95重量%的至少一种低分子异氰酸酯、(B)0.1~10重量%的至少一种润湿剂、(C)5~40重量%的至少一种粘结剂、(D)0~5重量%的至少一种催化剂和(E)0~10重量%的至少一种添加剂制成的分散体,其中成分(A)~(E)的比例总计为100重量%;

(2) 碾磨所述分散体,和

(3) 干燥所述分散体。

14. 如前述权利要求之一所述的粘合剂用来处理用于生产增强橡胶产品的增强插入物的用途。

织物增强插入物用的粘合剂及其用途

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于生产增强橡胶产品的织物增强插入物用的粉末粘合剂,所述粘合剂可在水中分散。所述粘合剂含有至少部分封端的低分子异氰酸酯、润湿剂、粘结剂和可能的添加剂。

背景技术

[0002] 在纤维增强橡胶产品的生产中,已经证实,如果为了改善织物增强插入物与橡胶之间的粘合强度而使用粘合剂,则是有利的。这种粘合剂的用途很重要,尤其是在轮胎帘线和其他具有增强纤维的高应力复合材料的领域中。特别地,就这些应用领域而言,在现有技术中已知的是使用间苯二酚-甲醛-胶乳(RFL)体系将合成或天然纤维结合到橡胶产品。在方法方面,方法的过程可以在一步法中或在两步法中进行。在一步法的情况下,用RFL与粘合剂的混合物浸渍增强件。

[0003] 在两步法的情况下,首先,用粘合剂浸渍增强件,在第二步中,实施RFL的应用。

[0004] 具体适用于这些方法的粘合剂也是现有技术中已知的。

[0005] DE 19913042A1 描述了一种处理用于生产增强橡胶产品的增强插入物用的水分散体形式的粘合剂。所述的粘合剂以异氰酸酯为基础。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供自由流动的低尘粉末形式的粘合剂,所述粘合剂可在水中分散并且粒度减小。

[0007] 上述目的通过具有权利要求1的特征的粘合剂和具有权利要求13的特征的制备粘合剂的方法来实现。此外,从属权利要求揭示了有利的发展。在权利要求14中,阐明了根据本发明的粘合剂的用途。

[0008] 根据本发明,提供一种织物增强层用的在水中可分散的粉末粘合剂,所述粘合剂由以下成分组成:

[0009] (A) 35 ~ 95 重量%的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯,

[0010] (B) 0.1 ~ 10 重量%的至少一种润湿剂,

[0011] (C) 5 ~ 40 重量%的至少一种粘结剂,

[0012] (D) 0 ~ 5 重量%的至少一种催化剂,和

[0013] (E) 0 ~ 10 重量%的至少一种添加剂。

[0014] 成分(A) ~ (E)的比例总计为100重量%。

[0015] 术语“至少部分封端的低分子异氰酸酯”包括部分阻断的低分子异氰酸酯和完全阻断的低分子异氰酸酯。术语“封端”或“阻断”具有相同含义。

[0016] 根据本发明,首次能够提供在水中可分散的粉末粘合剂。可以通过热干燥法来调整这些可流动粉末的粒度,特别是通过喷雾干燥、流动床干燥、流化床喷雾干燥、流化床喷雾造粒或流化床干燥。影响因素例如是喷雾塔的高度或停留时间。热干燥能够连续和间歇

地进行。与例如在 DE 19913042A1 中描述的水分散体等相比,首次提供的可流动的、低尘的、可分散的粉末使得显著更好的储存稳定性成为可能。此外,根据本发明的粘合剂在处理性方面的重要优点例如是:没有分层的危险、无需运输多余的重量、运输体积较低、在低于 0°C 的温度下不冻结、作为分散体时不沉降并因而稳定性更持久。

[0017] 粘合剂的优选实施方案提供了由以下成分组成的粘合剂:

[0018] (A) 52 ~ 90 重量%的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯,

[0019] (B) 0.5 ~ 8 重量%的至少一种润湿剂,

[0020] (C) 10 ~ 30 重量%的至少一种粘结剂,

[0021] (D) 0.1 ~ 5 重量%的至少一种催化剂,和

[0022] (E) 0.1 ~ 5 重量%的至少一种添加剂。

[0023] 特别优选实施方案的粘合剂由以下成分组成:

[0024] (A) 61 ~ 84 重量%的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯,

[0025] (B) 1 ~ 6 重量%的至少一种润湿剂,

[0026] (C) 15 ~ 25 重量%的至少一种粘结剂,

[0027] (D) 0.5 ~ 4 重量%的至少一种催化剂,和

[0028] (E) 0.2 ~ 4 重量%的至少一种添加剂。

[0029] 更优选的实施方案提供了可分散粉末,其平均粒径为 50 ~ 5000 μm , 优选为 100 ~ 800 μm , 特别优选为 200 ~ 500 μm 。

[0030] 更优选的是,将被封端的至少一种低分子异氰酸酯(即,至少部分封端前的异氰酸酯)的摩尔质量小于或等于 500g/mol, 优选为 90 ~ 400g/mol, 特别优选为 150 ~ 300g/mol。

[0031] 与聚异氰酸酯相比,低分子异氰酸酯呈现出更高的反应性、更好的分散性、更简单的生产性和更容易的可获得性。

[0032] 所述粘合剂优选含有芳香族、脂肪族或脂环族异氰酸酯作为将被封端的低分子异氰酸酯,即,至少部分封端前的异氰酸酯。特别优选的是选自 4,4-二苯基甲烷二异氰酸酯(4,4-MDI)、2,4-二苯基甲烷二异氰酸酯(2,4-MDI)、3,4-二苯基甲烷二异氰酸酯(3,4-MDI)、2,2-二苯基甲烷二异氰酸酯(2,2-MDI)、2,3-二苯基甲烷二异氰酸酯(2,3-MDI)、2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、1-异氰酸酯基-3-异氰酸酯基甲基-3,5,5-三甲基环己烷、1,4-萘二异氰酸酯(1,4-NDI)、1,5-萘二异氰酸酯(1,5-NDI)、异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI)、六亚甲基二异氰酸酯(HDI)或它们的混合物。

[0033] 所述的至少一种至少部分封端的低分子异氰酸酯是部分阻断或完全阻断的。在此用作阻断剂的特别是选自以下的化合物:单酚类,特别是苯酚、间苯二酚、甲酚、三甲基苯酚或叔丁基苯酚;内酰胺类,特别是 ϵ -己内酰胺、 δ -戊内酰胺或月桂精内酰胺;肟类,特别是甲基乙基酮肟(丁酮肟)、甲基戊基酮肟或环己酮肟;易于形成烯醇的化合物,特别是乙酰乙酸酯、乙酰丙酮或丙二酸衍生物;伯醇、仲醇或叔醇类;二醇醚类;芳香族仲胺类;酰亚胺类;硫醇类;三唑类;以及它们的混合物。

[0034] 优选地,所述的至少一种润湿剂选自阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂、含硅表面活性剂、全氟表面活性剂、亲水改性的聚烯烃以及它们的混合物。

[0035] 所述表面活性剂优选选自皂类、烷基苯磺酸盐、线性烷基苯磺酸盐、烷烃磺酸盐、酯磺酸盐、甲基酯磺酸盐、磺基琥珀酸衍生物、 α -烯炔磺酸盐、烷基硫酸盐、脂肪醇硫酸盐、脂肪醇醚硫酸盐、脂肪醇聚乙二醇醚硫酸盐、脂肪醇聚乙二醇醚、二辛基磺基琥珀酸钠、烷基酚聚乙二醇醚、失水山梨醇脂肪酸酯、乙氧基失水山梨醇脂肪酸酯、烷基聚葡萄糖苷、脂肪酸葡萄糖酰胺、脂肪酸乙氧基化物、脂肪胺乙氧基化物、乙氧基三酰基甘油、两侧被烷基化的聚乙二醇醚、醇乙氧基化物、壬基酚乙氧基化物、聚甘油脂肪酸酯、脂肪酸烷醇酰胺、胺氧化物、烷基二甲基胺氧化物、烷基聚葡萄糖苷、蔗糖酯、失水山梨醇酯、脂肪酸葡萄糖酰胺、脂肪酸-N-甲基葡萄糖酰胺、两性电解质、甜菜碱、磺基甜菜碱、N-(酰氨基-烷基)甜菜碱、N-烷基- β -氨基丙酸酯、N-烷基- β -亚氨基丙酸酯、长链伯胺的盐、季铵盐、季磷盐、叔铈盐、吡啶盐、咪唑啉盐、噁唑啉盐、酯季铵盐、聚亚烷基二醇、烷氧基聚亚烷基二醇、聚砜、聚(丙烯酸2-羟基烷基酯)、聚(甲基丙烯酸2-羟基烷基酯)、环氧乙烷-环氧丙烷嵌段共聚物、聚乙二醇、聚丙二醇、聚环氧乙烷树脂、聚环氧丙烷、寡聚磷酸盐、多磷酸盐以及它们的混合物。

[0036] 亲水改性的聚烯烃优选选自乙烯-丙烯酸共聚物、乙烯-甲基丙烯酸共聚物、乙烯-甲基丙烯酸-丙烯酸酯共聚物、乙烯-丙烯酸-丙烯酸酯共聚物、乙烯-甲基丙烯酸酯共聚物、乙烯-丙烯酸酯共聚物、乙烯-马来酸共聚物、聚丙烯酸、聚甲基丙烯酸、聚丙烯酰胺、聚甲基丙烯酰胺、聚乙烯磺酸、三聚氰胺甲醛磺酸酯、萘甲醛磺酸酯、氧化聚乙烯、马来酸接枝的乙烯共聚物、苯乙烯-丙烯酸酯共聚物以及它们的混合物或共聚物。

[0037] 亲水改性的聚烯烃优选含有5~40mol%、优选10~30mol%、特别优选15~25mol%的带有至少一个亲水基团的单体。

[0038] 如果盐类用作润湿剂,则阳离子优选选自钠离子、钾离子和铵离子。

[0039] 所述的至少一种粘结剂其特征在于粘合能力、水溶性和耐热性。

[0040] 所述的粘结剂在达到至少120℃、优选至少140℃、特别优选至少160℃的温度下具有耐热性。

[0041] 当使用根据本发明的粘结剂时,能够提供在水中可分散的可流动的低尘粉末形式的粘合剂。

[0042] 优选地,所述的至少一种粘结剂选自乙烯醇-乙酸乙烯酯共聚物、聚乙烯吡咯烷酮、聚乙烯醇、聚丙烯酸盐、聚丙烯酸共聚物的盐、多糖、淀粉、纤维素、瓜尔胶、黄芪酸(tragacantine acid)、右旋糖酐、藻酸酯及其羧甲基、甲基、羟乙基、羟丙基衍生物、干酪素、大豆蛋白、明胶、木素磺酸盐以及它们的混合物。

[0043] 特别地,所述的至少一种粘结剂选自聚乙烯醇、聚丙烯酸盐、聚丙烯酸共聚物的盐以及它们的混合物。

[0044] 聚乙烯醇的水解度为75~90mol%,优选为84~89mol%,尤其为86~89mol%。在水解度大于90mol%的情况下,水溶解性下降。

[0045] 聚乙烯醇的聚合度为100~2500,优选为250~2000,特别优选为300~1400,尤其为400~1100。

[0046] 聚乙烯醇的平均摩尔质量(重量平均)为4000~100000g/mol,优选为10000~80000g/mol,特别优选为12000~56000g/mol,尤其为16000~44000g/mol。

[0047] 在聚丙烯酸共聚物的情况下,优选的是与马来酸酐、丙烯酸酯、甲基丙烯酸酯、苯

乙烯、降冰片烯衍生物和 / 或烯烃的共聚物。在烯烃中,优选的是乙烯、丙烯和丁烯。

[0048] 在聚丙烯酸盐和聚丙烯酸共聚物的盐的情况下,阳离子优选选自钠离子、钾离子、镁离子、钙离子、锡离子、钡离子、锂离子、锌离子以及它们的混合物。

[0049] 所述的至少一种催化剂优选选自金属钠、钾、铯、锶、银、镉、钡、铈、铀、钛、铬、锡、锑、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅、钙和 / 或锆的金属化合物。特别优选地,所述的至少一种催化剂选自乙酸锌、硫酸锌、碳酸锌、氧化锌、乙酰丙酮锌和 / 或氯化锌。

[0050] 所述的至少一种添加剂优选选自消泡剂,特别是长链醇、高聚二醇、脂肪酸乙氧基化物、三烷基甲基胺、硅酮或它们的混合物,特别优选硅酮乳液形式的硅酮;着色剂,特别是碳黑;填料,特别是硅酸盐;以及它们的混合物。

[0051] 根据本发明,还提供一种制备先前描述的粘合剂的方法。通过在充入去离子水和润湿添加剂的搅拌槽中混合表 2 中列出的成分,然后加入封端的低分子异氰酸酯,并进行搅拌,从而制备分散体。搅拌下相继加入其余的添加剂。随后,将分散体在粉碎机中碾磨,优选为搅拌球磨机,得到所需粒度。

[0052] 流化床喷雾干燥在氮气氛围下进行,使用的氮气温度为 80 ~ 230 °C,优选为 120 ~ 190 °C,特别优选为 140 ~ 180 °C。在 1 ~ 3bar、优选 1.2 ~ 2bar 的压力下对分散体进行喷雾。依据分散体的单元尺寸和固体含量确定计量加入量,分散体的计量加入量为 1.5 ~ 35000g/min。固体含量越高,计量加入量越大。根据所采用的氮气温度和计量加入量来调整制备温度。制备温度应为 30 ~ 190 °C,优选为 50 ~ 120 °C。按现有产品的形式供给流化床。如果不能这样,则必须在干燥开始时从将要干燥的分散体制备。这在低计量比下实现。一旦存在流化床,则随着计量比增大,颗粒逐步成型。形成的颗粒表现出例如洋葱形或荆棘形结构。由于荆棘形结构更容易分散,因而是优选的。

[0053] 根据本发明,如前所述,粘合剂被用来处理用于生产增强橡胶产品的增强插入物。根据本发明的粘合剂特别适合于织物增强插入物,例如,由聚酯、聚乙烯、聚酰胺、人造丝、棉、韧皮纤维、剑麻、大麻、亚麻或椰子纤维制成的织物增强插入物。这些被处理的增强插入物尤其是用于生产轮胎帘线、传送带、V 形带、机械橡胶零件或复合材料。

[0054] 按下述步骤确定所得粉末的分散性:

[0055] 在玻璃烧杯中,加入去离子水并用磁力搅拌器搅拌。加入待分散的样品。1 分钟后和 10 分钟后目视判断分散性,并且用数值 0 ~ 100 评价,0 表示未分散,100 表示完全分散。

[0056] 根据 ISO 13320,利用激光测量来确定 10 分钟后所得分散体的粒度分布 (d_{50} 和 d_{95} 值)。在未采用超声下和在采用 30 秒超声下进行测量。

[0057] 对于良好的粘合效果而言, d_{50} 值应该至多为 8 μm , 优选至多为 5 μm , 特别优选至多为 2 μm 。

[0058] 对于良好的粘合效果而言, d_{95} 值应该至多为 20 μm , 优选至多为 10 μm , 特别优选至多为 5 μm 。

具体实施方式

[0059] 下面,结合实施例更详细地说明根据本发明的主题,但本发明不限于在此所示出的特定实施方案的主题。

[0060] 表 1 示出实施例和比较例中使用的材料。

[0061] 表 1

成分	商品名	说明	制造商
低分子异氰酸酯	Grilbond IL-6	用己内酰胺封端的低分子 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯 50 重量%的水分散体	EMS-CHEMIE AG, Switzerland
润湿剂	Tamol NN 8906	萘磺酸缩聚物的钠盐 粉状 粒度: 70 重量%在 63~200 μ m 内, 硫酸钠含量 6%	BASF, Germany
[0062] 粘结剂	Mowiol 4 - 88*	聚乙烯醇 Mw** 31000 87~89%水解	Kuraray Europe GmbH, Germany
催化剂	-	乙酰丙酮锌水合物 熔点: 135~138 $^{\circ}$ C 粉状	Sigma-Aldrich, Switzerland
消泡剂	Dow Corning DSP Antifoam Emulsion***	含硅酮的消泡剂乳液 粘度**** 25 $^{\circ}$ C 下 1500 mPas	Dow Corning, Belgium

[0063] * 作为 25 重量%的水溶液使用

[0064] ** 重均摩尔质量, 单位 g/mol

[0065] *** 作为 10 重量%的水溶液使用

[0066] ****Brookfield spindle No. 3, 20 转 / 分钟

[0067] 在氮气氛围中, 在 DMR Prozesstechnologie (Dresden, Germany) 公司的 WPF-Mini 型流化床实验单元上进行分散体的流化床喷雾干燥。采用以下设置:

[0068] 氮气温度: 160 $^{\circ}$ C

[0069] 氮气通过量: 15 ~ 18m³/h

[0070] 喷雾压力: 1.5bar

[0071] 分散体计量比: 1.5 ~ 7.5g/min

[0072] 测试时间: 2.5h

[0073] 在 1.5h 的第一阶段, 逐步形成流化床。然后, 以增加的计量比喷雾分散体, 逐步形成颗粒。在测试过程中, 在流化床中设置 55 ~ 62 $^{\circ}$ C 的产品温度。形成荆棘形结构的颗粒。

[0074] 粒度: 200 ~ 350 μ m

[0075] 残留水分: 0.9%

[0076] 实施例 1 和实施例 2

[0077] 在表 2 中, 列出根据本发明的两种粘合剂 (实施例 1 和实施例 2) 的成分。

[0078] 表 2

	实施例 1		实施例 2	
	作为分散体重量份	作为干物质重量%	作为分散体重量份	作为干物质重量%
[0079] 低分子异氰酸酯 50 重量%的分散体	133	66.5	151.94	75.97
润湿剂	3.5	3.5	2.5	2.5
粘结剂 25 重量%的溶液	120	30	100	20
催化剂	-	-	1.5	1.5
添加剂(消泡剂) 10 重量%的溶液	-	-	0.3	0.03
水	29.5	-	29.5	-
固体含量	35%	100%	35%	100%

[0080] 对于实施例 1 的分散体,粒度的 d_{50} 或 d_{95} 值在未超声下是 1.0 或 2.1 μm ,在超声下是 1.0 或 2.0 μm 。

[0081] 对于实施例 2 的分散体,粒度的 d_{50} 或 d_{95} 值在未超声下是 1.0 或 2.0 μm ,在超声下是 0.8 或 1.8 μm 。

[0082] 比较例 3

[0083] 在表 3 中,示出与 DE 19913042A1 相似的比较例的组成。

[0084] 表 3

	比较例 3	
	作为分散体重量份	作为干物质重量%
[0085] 低分子异氰酸酯 50 重量%的分散体	100	42.7
润湿剂	7	6
低分子异氰酸酯 粉状	60	51.3
固体含量	70%	100%

[0086] 分散体的粒度 d_{50} 为 0.9 μm , d_{95} 为 2.3 μm 。

[0087] 根据下面的过程测试所得产品的分散性:

[0088] 将 48.25g 去离子水置于 100ml 的玻璃烧杯中。在转速为 600min^{-1} 的磁力搅拌器上进行搅拌。加入 1.75g 待分散的样品。1 分钟和 10 分钟后,评价分散性。搅拌 10 分钟后,用 Cilas 1064 测量粒度分布 (d_{50} 和 d_{95} 值)。

[0089] 在表 4 中,总结了实施例 1、实施例 2 和比较例 3 的干物质的分散测试结果。

[0090] 表 4

	干物质					
	实施例 1		实施例 2		比较例 3	
1 分钟后的分散性	95		96		2	
10 分钟后的分散性	98		99		5	
[0091]	d_{50}	d_{95}	d_{50}	d_{95}	d_{50}	d_{95}
未超声下 10 分钟后的 粒度[μm]	1.2	4.5	1.1	4.3	-	-
超声下 10 分钟后的 粒度[μm]	1.1	2.8	1.0	2.4	-	-

[0092] 实施例 1 和实施例 2 的干物质其值为 95 ~ 99, 表现出优异的分散性。

[0093] 就分散 10 分钟后的粒度而言, 实施例 1 的干物质其 d_{50} 值为 1.2 或 1.1 μm (未超声或超声), 而且几乎达到原始分散体的粒度 1.0 μm (未超声和超声)。就 d_{95} 值而言, 与原始分散体的偏差实际上更大, 平均粒度为 4.5 或 2.8 μm (未超声或超声), 然而仍然非常容易加工。

[0094] 实施例 2 的干物质在分散测试中在各方面都表现出比实施例 1 更好的值。

[0095] 在比较例 3 中, 2 或 5 的分散性表明: 从根据 DE 11913042A1 的分散体制备的干物质对于实际应用没有足够的分散性。因此, 分散 10 分钟后的粒度测量未被进行。