



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111621255 B

(45) 授权公告日 2021.01.29

---

(21) 申请号 202010505040.7	C08G 18/65 (2006.01)
(22) 申请日 2020.06.05	C08G 18/63 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号	C08G 18/34 (2006.01)
申请公布号 CN 111621255 A	C08F 283/06 (2006.01)
	C08F 212/08 (2006.01)
(43) 申请公布日 2020.09.04	C08G 65/26 (2006.01)
(73) 专利权人 美邦(黄山)胶业有限公司	(56) 对比文件
地址 245000 安徽省黄山市徽州区城东循	JP H0782351 A, 1995.03.28
环经济园区	GB 833867 A, 1960.05.04
(72) 发明人 张建宏 程有仙 童艳丽 张桐	CN 102603799 A, 2012.07.25
(74) 专利代理机构 合肥正则元起专利代理事务	US 5563285 A, 1996.10.08
所(普通合伙) 34160	审查员 李洁
代理人 韩立峰	
(51) Int.Cl.	
C09J 175/04 (2006.01)	
C08G 18/77 (2006.01)	

---

权利要求书2页 说明书8页

### (54) 发明名称

一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂

### (57) 摘要

本发明公开了一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,包括组分A和组分B;组分A的起始剂为三氯氧磷和甘油反应生成的磷酸三甘油酯,磷酸三甘油酯,会使环氧丙烷和环氧乙烷产生聚的聚含有磷元素,一定程度上提升了胶粘剂的阻燃性,且与苯乙烯的接枝使得胶粘剂的耐水性提升,且胶粘剂中含有大量纳米二氧化硅,进行增强了胶粘剂的耐久性和抗介质性,组分B分子内苯环上的羟基氢和羰基氧性形成的分子内氢键构成一个螯合环,在受到光照后,分子发生振动,氢键断裂,螯合环打开,将光能转化为热能排出,使得胶粘剂在受到光照任然能保持性能。

1. 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:包括组分A和组分B;

所述的组分A由如下步骤制备:

步骤A1:将三氯氧磷加入搅拌釜中,在转速为200-300r/min,温度为15-20℃的条件下,进行搅拌,并在搅拌过程中,加入甘油,继续搅拌1-1.5h,制得起始物,将起始物和氢氧化钠加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在压强为0.5-0.8MPa条件下,加入环氧丙烷进行反应5-8h后,加入环氧乙烷,继续反应3-5h制得中间体E1;

步骤A2:将苯酐和新戊二醇加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在转速为200-300r/min,温度为135-140℃条件下,进行反应5-10min后,升温至温度达到170-200℃的条件下,继续反应3-4h,冷却至室温制得中间体E2;

步骤A3:将纳米二氧化硅加入烘箱中,在温度为120-150℃的条件下,进行烘干10-15h后,将纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为120-130℃的条件下,进行回流反应2-3h,制得硅烷乳液;

步骤A4:将步骤A1制得的中间体E1、步骤A2制得的中间体E2、二马来酸二丁基锡加入搅拌釜中,在转速为300-500r/min的条件下,进行搅拌10-15min后,加入硅烷乳液和二环己基碳二亚胺,在温度为120-130℃的条件下,进行反应3-4h后,加入苯乙烯和偶氮二异庚腈并通入氮气进行保护,在转速为200-300r/min,温度为140-150℃的条件下,进行反应2-3h制得组分A;

所述的组分B由如下步骤制备:

步骤B1:将甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为35-40℃的条件下进行搅拌20-30min后,加入高锰酸钾,在温度为110-120℃的条件下,进行回流反应3-4h,制得第一反应物,将第一反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220-230℃的条件下,进行反应8-10h,制得中间体F1;

步骤B2:将邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为25-30℃的条件下进行搅拌20-30min后,加入乙醇继续搅拌10-15min后,加入高锰酸钾,在温度为110-120℃的条件下,进行回流反应3-4h,制得第二反应物,将第二反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220-230℃的条件下,进行反应8-10h,制得中间体F2;

步骤B3:将步骤B2制得的中间体F2、氢氧化钠、去离子水加入反应釜中,在温度为70-80℃的条件下,进行反应1-1.5h后,加入盐酸溶液,继续反应30-40min后,加入步骤B1制得的中间体F1、氯化锌、环丁砜加入反应釜中,在转速为300-500r/min的条件下,继续反应2-3h,制得中间体F3;

步骤B4:将中间体F3和苯加入反应釜中,在转速为200-300r/min的条件下,进行搅拌至中间体F3完全溶解,加入钯粉并通入不断通入氢气,保持反应釜压强为0.8-0.85MPa,在温度为110-120℃的条件下,进行回流反应1-2h,制得中间体F4,将光气通入邻二氯苯中,制得光气溶液,将光气溶液和中间体F4加入反应釜中,在转速为200-300r/min的条件下,进行反应30-40min后,升温至温度为100-120℃的条件下,进行反应1-1.5h,制得组分B。

2. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤A1所述的三氯氧磷和甘油用量质量比为1:2,起始物、氢氧化钠、环氧丙烷、环氧乙烷的用量物质的量比为5:0.2:10:25。

3. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤

A2所述的苯酐和新戊二醇的用量物质的量比为1:1.25。

4. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤A3所述的纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯的用量比为2g:5mL:3mL。

5. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤A4所述的中间体E1、中间体E2、二马来酸二丁基锡、硅烷乳液、二环己基碳二亚胺、苯乙烯、偶氮二异庚腈的质量比为10:10:1:15:2:13:1。

6. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤B1所述的甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液、高锰酸钾的用量质量比为2:3:1:3.5,第一反应物、氧化铜、去离子水的用量质量比为10:0.1:8。

7. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤S2所述的邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液、乙醇、高锰酸钾的用量质量比为2:3:1:2:3.5,第二反应物、氧化铜、去离子水的用量质量比为10:0.1:8,步骤B1和步骤B2所述的硝酸溶液的质量分数为25-30%,硫酸溶液为的质量分数为55-60%。

8. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤B3所述的中间体F2、氢氧化钠、去离子水、盐酸溶液、中间体F1、氯化锌、环丁砜用量比为3g:2g:5mL:4mL:3g:4g:5mL,盐酸溶液的质量分数为30-40%。

9. 根据权利要求1所述的一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,其特征在于:步骤B4所述的中间体F3、钪粉、光气溶液用量质量比为5:3:8,光气溶液中光气的体积分数为25-30%。

## 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂

### 技术领域

[0001] 本发明属于胶粘剂制备技术领域,具体涉及一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂。

### 背景技术

[0002] 聚氨酯胶粘剂是指在分子链中含有氨基甲酸酯基团(—NHCOO—)或异氰酸酯基(—NCO)的胶粘剂,聚氨酯胶粘剂分为多异氰酸酯和聚氨酯两大类。多异氰酸酯分子链中含有异氰基(—NCO)和氨基甲酸酯基(—NH—COO—),故聚氨酯胶粘剂表现出高度的活性与极性,与含有活泼氢的基材,如泡沫、塑料、木材、皮革、织物、纸张、陶瓷等多孔材料,以及金属、玻璃、橡胶、塑料等表面光洁的材料都有优良的化学粘接力。

[0003] 现有的聚氨酯胶粘剂在使用一段时间,由于空气中的水分以及使用环境中的水分长时间附着在聚氨酯胶粘剂表面,使得聚氨酯胶粘剂的性能大大降低,且在使用过程中,由于受到光照,自身发生光化学反应使得胶粘剂,丧失胶粘功能。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂。

[0005] 本发明要解决的技术问题:

[0006] 现有的聚氨酯胶粘剂在使用一段时间,由于空气中的水分以及使用环境中的水分长时间附着在聚氨酯胶粘剂表面,使得聚氨酯胶粘剂的性能大大降低,且在使用过程中,由于受到光照,自身发生光化学反应使得胶粘剂,丧失胶粘功能。

[0007] 本发明的目的可以通过以下技术方案实现:

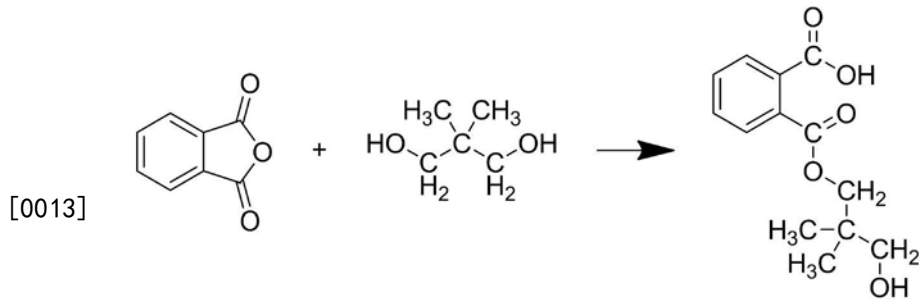
[0008] 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,包括组分A和组分B;

[0009] 所述的组分A,由如下步骤制备:

[0010] 步骤A1:将三氯氧磷加入搅拌釜中,在转速为200-300r/min,温度为15-20℃的条件下,进行搅拌,并在搅拌过程中,加入甘油,继续搅拌1-1.5h,制得起始物,将起始物和氢氧化钠加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在压强为0.5-0.8MPa条件下,加入环氧丙烷进行反应5-8h后,加入环氧乙烷,继续反应3-5h制得中间体E1;

[0011] 步骤A2:将苯酐和新戊二醇加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在转速为200-300r/min,温度为135-140℃条件下,进行反应5-10min后,升温至温度达到170-200℃的条件下,继续反应3-4h,冷却至室温制得中间体E2;

[0012] 反应过程如下:



[0014] 步骤A3:将纳米二氧化硅加入烘箱中,在温度为120-150°C的条件下,进行烘干10-15h后,将纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为120-130°C的条件下,进行回流反应2-3h,制得硅烷乳液;

[0015] 步骤A4:将步骤A1制得的中间体E1、步骤A2制得的中间体E2、二马来酸二丁基锡加入搅拌釜中,在转速为300-500r/min的条件下,进行搅拌10-15min后,加入硅烷乳液和二环己基碳二亚胺,在温度为120-130°C的条件下,进行反应3-4h后,加入苯乙烯和偶氮二异庚腈并通入氮气进行保护,在转速为200-300r/min,温度为140-150°C的条件下,进行反应2-3h制得组分A。

[0016] 进一步,步骤A1所述的三氯氧磷和甘油用量质量比为1:2,起始物、氢氧化钠、环氧丙烷、环氧乙烷的用量物质的量比为5:0.2:10:25。

[0017] 进一步,步骤A2所述的苯酐和新戊二醇的用量物质的量比为1:1.25。

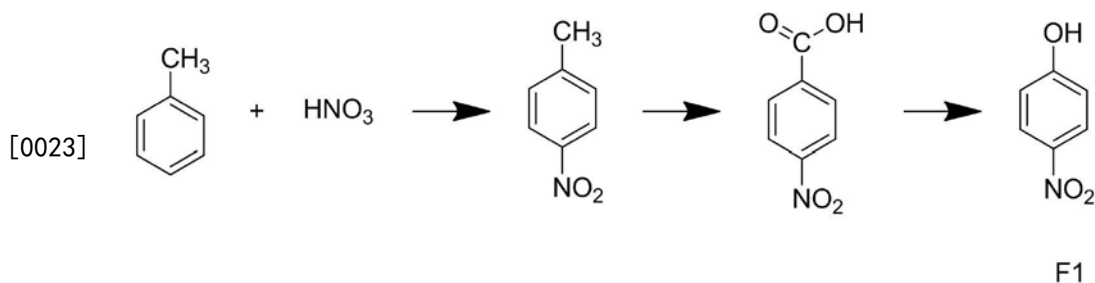
[0018] 进一步,步骤A3所述的纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯的用量比为2g:5mL:3mL。

[0019] 进一步,步骤A4所述的中间体E1、中间体E2、二马来酸二丁基锡、硅烷乳液、二环己基碳二亚胺、苯乙烯、偶氮二异庚腈的质量比为10:10:1:15:2:13:1。

[0020] 进一步,所述的组分B由如下步骤制备:

[0021] 步骤B1:将甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为35-40°C的条件下进行搅拌20-30min后,加入高锰酸钾,在温度为110-120°C的条件下,进行回流反应3-4h,制得第一反应物,将第一反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220-230°C的条件下,进行反应8-10h,制得中间体F1;

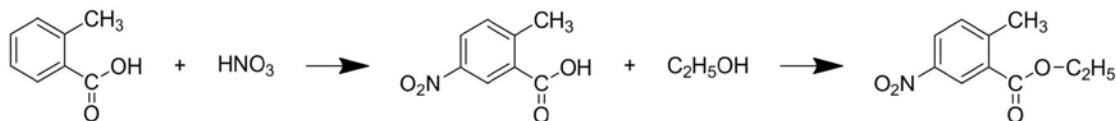
[0022] 反应过程如下:



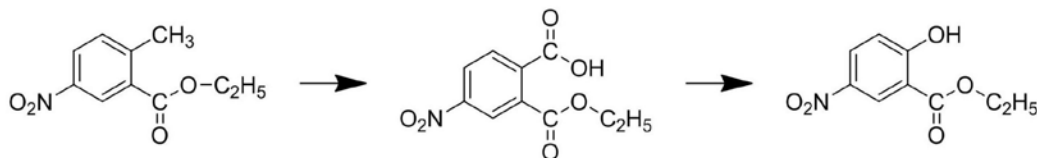
[0024] 步骤B2:将邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200-300r/min,温度为25-30°C的条件下进行搅拌20-30min后,加入乙醇继续搅拌10-15min后,加入高锰酸钾,在温度为110-120°C的条件下,进行回流反应3-4h,制得第二反应物,将第二反应

物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220-230℃的条件下,进行反应8-10h,制得中间体F2;

[0025] 反应过程如下:



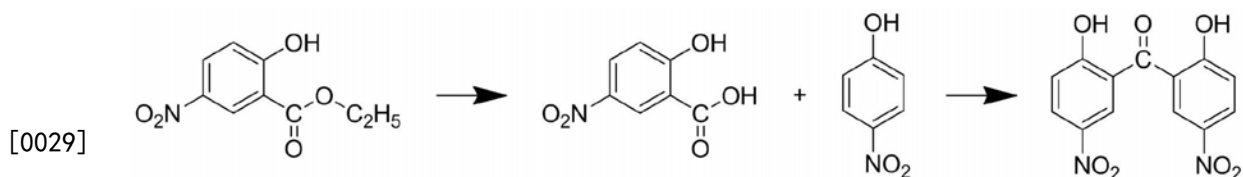
[0026]



F2

[0027] 步骤B3:将步骤B2制得的中间体F2、氢氧化钠、去离子水加入反应釜中,在温度为70-80℃的条件下,进行反应1-1.5h后,加入盐酸溶液,继续反应30-40min后,加入步骤B1制得的中间体F1、氯化锌、环丁砜加入反应釜中,在转速为300-500r/min的条件下,继续反应2-3h,制得中间体F3;

[0028] 反应过程如下:



[0029]

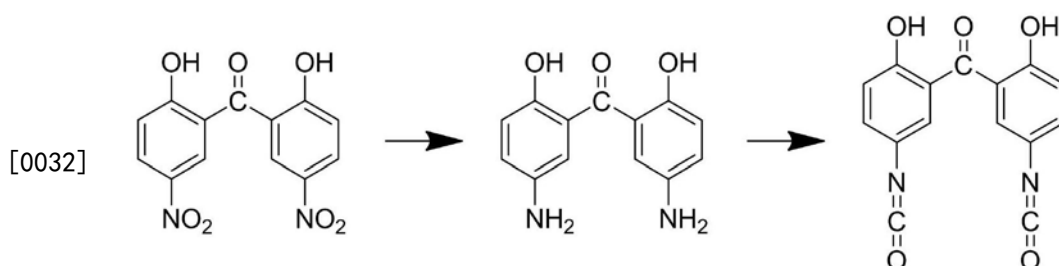
F2

F1

F3

[0030] 步骤B4:将中间体F3和苯加入反应釜中,在转速为200-300r/min的条件下,进行搅拌至中间体F3完全溶解,加入钯粉并通入不断通入氢气,保持反应釜压强为0.8-0.85MPa,在温度为110-120℃的条件下,进行回流反应1-2h,制得中间体F4,将光气通入邻二氯苯中,制得光气溶液,将光气溶液和中间体F4加入反应釜中,在转速为200-300r/min的条件下,进行反应30-40min后,升温至温度为100-120℃的条件下,进行反应1-1.5h,制得组分B。

[0031] 反应过程如下:



[0032]

F3

[0033] 进一步,步骤B1所述的甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液、高锰酸钾的用量质量比为2:3:1:3.5,第一反应物、氧化铜、去离子水的用量质量比为10:0.1:8。

[0034] 进一步,步骤S2所述的邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液、乙醇、高锰酸钾的用量质量比为2:3:1:2:3.5,第二反应物、氧化铜、去离子水的用量质量比为10:0.1:8,步骤B1和步骤B2所述的硝酸溶液的质量分数为25-30%,硫酸溶液为的质量分数为55-60%。

[0035] 进一步,步骤B3所述的中间体F2、氢氧化钠、去离子水、盐酸溶液、中间体F1、氯化锌、环丁砜用量比为3g:2g:5mL:4mL:3g:4g:5mL,盐酸溶液的质量分数为30-40%。

[0036] 进一步,步骤B4所述的中间体F3、钨粉、光气溶液用量质量比为5:3:8,光气溶液中光气的体积分数为25-30%。

[0037] 本发明的有益效果:本发明在制备一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂的过程中制备了一种组分A,通过环氧丙烷和环氧乙烷进行聚合制得中间体1,在再将苯胺与新戊二醇聚合形成含有醇羟基和羧基的中间体E2,并对纳米二氧化硅进行表面氨基化,有纳米二氧化硅表面存在大量活性羟基在氨丙基三乙氧基硅烷的作用下,将表面的活性羟基替换成氨基,将中间体E1和和中间体E2进行混合分散,加入硅烷乳液,表面含有大量氨基的纳米二氧化硅会与中间体E2表面的羧基进行酰胺化反应,进而与中间体E2稳定连接,并将苯乙烯接枝在中间体E1上,且起始剂为三氯氧磷和甘油反应生成的磷酸三甘油酯,磷酸三甘油酯,会使环氧丙烷和环氧乙烷产生聚的聚含有磷元素,一定程度上提升了胶粘剂的阻燃性,且与苯乙烯的接枝使得胶粘剂的耐水性提升,且胶粘剂中含有大量纳米二氧化硅,进行增强了胶粘剂的耐久性和抗介质性,且在制备过程中制备了一种组分B,组分B以甲苯和邻甲基苯甲酸为原料,相对二者进行硝基化反应,将硝基化反应后的邻甲基苯甲酸与乙醇进行反应将羧基进行保护,在高锰酸钾的作用下,进行氧化将甲基氧化成羧基,进一步将羧基氧化成酚羟基,制得中间体F1和中间体F2,中间体F2在碱性条件下水解,羧基脱保护,进而与中间体F1进行酰化反应,制得中间体F3,中间体F3和氢气在钨粉的作用下,将硝基还原成氨基,进一步与光气反应形成异氰酸酯,组分B分子内苯环上的羟基氢和羧基氧性形成的分子内氢键构成一个螯合环,在受到光照后,分子发生振动,氢键断裂,螯合环打开,将光能转化为热能排出,使得胶粘剂在受到光照任然能保持性能。

### 具体实施方式

[0038] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0039] 实施例1

[0040] 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,包括组分A和组分B;

[0041] 所述的组分A由如下步骤制备:

[0042] 步骤A1:将三氯氧磷加入搅拌釜中,在转速为200r/min,温度为15℃的条件下,进行搅拌,并在搅拌过程中,加入甘油,继续搅拌1h,制得起始物,将起始物和氢氧化钠加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在压强为0.5MPa条件下,加入环氧丙烷进行反应5h后,加入环氧乙烷,继续反应3h制得中间体E1;

[0043] 步骤A2:将苯酐和新戊二醇加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在转速为200r/min,温度为135℃条件下,进行反应5min后,升温至温度达到170℃的条件下,继续反应3h,冷却至室温制得中间体E2;

[0044] 步骤A3:将纳米二氧化硅加入烘箱中,在温度为120℃的条件下,进行烘干10h后,将纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯加入反应釜中,在转速为200r/min,温度为120

℃的条件下,进行回流反应2h,制得硅烷乳液;

[0045] 步骤A4:将步骤A1制得的中间体E1、步骤A2制得的中间体E2、二马来酸二丁基锡加入搅拌釜中,在转速为300r/min的条件下,进行搅拌10min后,加入硅烷乳液和二环己基碳二亚胺,在温度为120℃的条件下,进行反应3h后,加入苯乙烯和偶氮二异庚腈并通入氮气进行保护,在转速为200r/min,温度为140℃的条件下,进行反应2h制得组分A。

[0046] 所述的组分B由如下步骤制备:

[0047] 步骤B1:将甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200r/min,温度为35℃的条件下进行搅拌20min后,加入高锰酸钾,在温度为110℃的条件下,进行回流反应3h,制得第一反应物,将第一反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220℃的条件下,进行反应8h,制得中间体F1;

[0048] 步骤B2:将邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为200r/min,温度为25℃的条件下进行搅拌20min后,加入乙醇继续搅拌10min后,加入高锰酸钾,在温度为110℃的条件下,进行回流反应3h,制得第二反应物,将第二反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为220℃的条件下,进行反应8h,制得中间体F2;

[0049] 步骤B3:将步骤B2制得中间体F2、氢氧化钠、去离子水加入反应釜中,在温度为70℃的条件下,进行反应1h后,加入盐酸溶液,继续反应30min后,加入步骤B1制得的中间体F1、氯化锌、环丁砜加入反应釜中,在转速为300r/min的条件下,继续反应2h,制得中间体F3;

[0050] 步骤B4:将中间体F3和苯加入反应釜中,在转速为200r/min的条件下,进行搅拌至中间体F3完全溶解,加入钯粉并通入不断通入氢气,保持反应釜压强为0.8MPa,在温度为110℃的条件下,进行回流反应1h,制得中间体F4,将光气通入邻二氯苯中,制得光气溶液,将光气溶液和中间体F4加入反应釜中,在转速为200r/min的条件下,进行反应30min后,升温至温度为100℃的条件下,进行反应1h,制得组分B。

[0051] 使用时将组分A和组分B,由体积比1:3混合。

[0052] 实施例2

[0053] 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,包括组分A和组分B;

[0054] 所述的组分A由如下步骤制备:

[0055] 步骤A1:将三氯氧磷加入搅拌釜中,在转速为250r/min,温度为18℃的条件下,进行搅拌,并在搅拌过程中,加入甘油,继续搅拌1.3h,制得起始物,将起始物和氢氧化钠加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在压强为0.6MPa条件下,加入环氧丙烷进行反应6h后,加入环氧乙烷,继续反应4h制得中间体E1;

[0056] 步骤A2:将苯酐和新戊二醇加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在转速为250r/min,温度为138℃条件下,进行反应8min后,升温至温度达到185℃的条件下,继续反应3.5h,冷却至室温制得中间体E2;

[0057] 步骤A3:将纳米二氧化硅加入烘箱中,在温度为135℃的条件下,进行烘干13h后,将纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯加入反应釜中,在转速为250r/min,温度为125℃的条件下,进行回流反应2.5h,制得硅烷乳液;

[0058] 步骤A4:将步骤A1制得的中间体E1、步骤A2制得的中间体E2、二马来酸二丁基锡加入搅拌釜中,在转速为400r/min的条件下,进行搅拌13min后,加入硅烷乳液和二环己基碳



二亚胺,在温度为125℃的条件下,进行反应3.5h后,加入苯乙烯和偶氮二异庚腈并通入氮气进行保护,在转速为250r/min,温度为145℃的条件下,进行反应2.5h制得组分A。

[0059] 所述的组分B由如下步骤制备:

[0060] 步骤B1:将甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为250r/min,温度为38℃的条件下进行搅拌25min后,加入高锰酸钾,在温度为115℃的条件下,进行回流反应3.5h,制得第一反应物,将第一反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为225℃的条件下,进行反应9h,制得中间体F1;

[0061] 步骤B2:将邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为250r/min,温度为38℃的条件下进行搅拌25min后,加入乙醇继续搅拌13min后,加入高锰酸钾,在温度为115℃的条件下,进行回流反应3.5h,制得第二反应物,将第二反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为225℃的条件下,进行反应9h,制得中间体F2;

[0062] 步骤B3:将步骤B2制得的中间体F2、氢氧化钠、去离子水加入反应釜中,在温度为75℃的条件下,进行反应1.3h后,加入盐酸溶液,继续反应35min后,加入步骤B1制得的中间体F1、氯化锌、环丁砜加入反应釜中,在转速为400r/min的条件下,继续反应2.5h,制得中间体F3;

[0063] 步骤B4:将中间体F3和苯加入反应釜中,在转速为250r/min的条件下,进行搅拌至中间体F3完全溶解,加入钨粉并通入不断通入氢气,保持反应釜压强为0.83MPa,在温度为115℃的条件下,进行回流反应1.5h,制得中间体F4,将光气通入邻二氯苯中,制得光气溶液,将光气溶液和中间体F4加入反应釜中,在转速为250r/min的条件下,进行反应35min后,升温至温度为110℃的条件下,进行反应1.3h,制得组分B。

[0064] 使用时将组分A和组分B,由体积比1:3混合。

[0065] 实施例3

[0066] 一种抗介质的双组分无溶剂聚氨酯胶粘剂,包括组分A和组分B;

[0067] 所述的组分A由如下步骤制备:

[0068] 步骤A1:将三氯氧磷加入搅拌釜中,在转速为300r/min,温度为20℃的条件下,进行搅拌,并在搅拌过程中,加入甘油,继续搅拌1.5h,制得起始物,将起始物和氢氧化钠加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在压强为0.8MPa条件下,加入环氧丙烷进行反应8h后,加入环氧乙烷,继续反应5h制得中间体E1;

[0069] 步骤A2:将苯酐和新戊二醇加入反应釜中,并通入氮气进行保护,在转速为300r/min,温度为140℃条件下,进行反应10min后,升温至温度达到200℃的条件下,继续反应4h,冷却至室温制得中间体E2;

[0070] 步骤A3:将纳米二氧化硅加入烘箱中,在温度为150℃的条件下,进行烘干15h后,将纳米二氧化硅、氨丙基三乙氧基硅烷、甲苯加入反应釜中,在转速为300r/min,温度为130℃的条件下,进行回流反应3h,制得硅烷乳液;

[0071] 步骤A4:将步骤A1制得的中间体E1、步骤A2制得的中间体E2、二马来酸二丁基锡加入搅拌釜中,在转速为500r/min的条件下,进行搅拌15min后,加入硅烷乳液和二环己基碳二亚胺,在温度为130℃的条件下,进行反应4h后,加入苯乙烯和偶氮二异庚腈并通入氮气进行保护,在转速为300r/min,温度为150℃的条件下,进行反应3h制得组分A。

[0072] 所述的组分B由如下步骤制备:

[0073] 步骤B1:将甲苯、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为300r/min,温度为40℃的条件下进行搅拌30min后,加入高锰酸钾,在温度为120℃的条件下,进行回流反应4h,制得第一反应物,将第一反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为230℃的条件下,进行反应10h,制得中间体F1;

[0074] 步骤B2:将邻甲基苯甲酸、硝酸溶液、硫酸溶液加入反应釜中,在转速为300r/min,温度为30℃的条件下进行搅拌30min后,加入乙醇继续搅拌15min后,加入高锰酸钾,在温度为120℃的条件下,进行回流反应4h,制得第二反应物,将第二反应物、氧化铜、去离子水入反应釜中,在温度为230℃的条件下,进行反应10h,制得中间体F2;

[0075] 步骤B3:将步骤B2制得的中间体F2、氢氧化钠、去离子水加入反应釜中,在温度为80℃的条件下,进行反应1.5h后,加入盐酸溶液,继续反应40min后,加入步骤B1制得的中间体F1、氯化锌、环丁砜加入反应釜中,在转速为500r/min的条件下,继续反应3h,制得中间体F3;

[0076] 步骤B4:将中间体F3和苯加入反应釜中,在转速为300r/min的条件下,进行搅拌至中间体F3完全溶解,加入钯粉并通入不断通入氢气,保持反应釜压强为0.85MPa,在温度为120℃的条件下,进行回流反应2h,制得中间体F4,将光气通入邻二氯苯中,制得光气溶液,将光气溶液和中间体F4加入反应釜中,在转速为300r/min的条件下,进行反应40min后,升温至温度为120℃的条件下,进行反应1.5h,制得组分B。

[0077] 使用时将组分A和组分B,由体积比1:3混合。

[0078] 对比例1

[0079] 本对比例为市场上一种常见的聚氨酯胶粘剂。

[0080] 对实施例1-3和对比例1制得的聚氨酯胶粘剂,进行性能测试,测试结果如下表1所示;

[0081] 耐光性:将实施例1-3和对比例1制备的聚氨酯胶粘剂涂抹在木板上,至聚氨酯胶粘剂涂膜干燥后,将木板在紫外线波长为340nm的条件下,分别进行照射24h和72h,观察式样是否变脆。

[0082] 抗介质性:将实施例1-3和对比例1制备的聚氨酯胶粘剂涂抹在两木板之间,至聚氨酯胶粘剂干燥,将木板分别放入蒸馏水中进行浸泡24、48、72h,观察两木板之间是否出现松动。

[0083] 表1

		实施例 1	实施例 2	实施例 3	对比例 1
耐光性	24h	否	否	否	否
	72h	否	否	否	是
抗介质性	24h	否	否	否	否
	48h	否	否	否	否
	72h	否	否	否	是

[0085] 由上表1可知实施例1-3制备的聚氨酯胶粘剂在经过光照24h和48h后表前并不会出变脆现象,而对比例1在光照72h后出现变脆现象,实施例1-3制备在蒸馏水中浸泡72h认为出现,粘黏松动的迹象,而对比例1出现了松动现象,表面本发明制备的聚氨酯胶粘剂的耐光性和抗介质性更好。

[0086] 以上内容仅仅是对本发明的构思所作的举例和说明,所属本技术领域的技术人员对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代,只要不偏离发明的构思或者超越本权利要求书所定义的范围,均应属于本发明的保护范围。