



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102311522 B

(45) 授权公告日 2013.03.06

(21) 申请号 201110177579.5

(22) 申请日 2011.06.28

(73) 专利权人 北京高盟新材料股份有限公司
地址 102502 北京市房山区燕山工业区 8 号

(72) 发明人 张娜 沈峰

(74) 专利代理机构 北京凯特来知识产权代理有限公司 11260

代理人 郑立明 赵镇勇

(51) Int. Cl.

C08F 283/00 (2006.01)

C08G 18/67 (2006.01)

C08G 18/65 (2006.01)

C08G 18/66 (2006.01)

C09J 151/08 (2006.01)

D06M 15/21 (2006.01)

(56) 对比文件

US 2004034146 A1, 2004.02.19,

CN 101343341 A, 2009.01.14,

US 6025434 A, 2000.02.15,

EP 2314636 A1, 2011.04.27,

WO 02079288 A1, 2002.10.10,

CN 101717468 A, 2010.06.02,

EP 1153051 A1, 2001.11.14,

CN 102093516 A, 2011.06.15,

EP 1272541 A1, 2003.01.08,

JP 2004269781 A, 2004.09.30,

审查员 谭磊

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,属胶粘剂制备技术领域。该方法是以丙烯酸酯类单体替代传统聚氨酯制备过程中所使用的有机助溶剂,进行异氰酸酯和聚合物二元醇的聚合,制得含羟基的聚氨酯预聚体,经降温后引入适量丙烯酸酯单体和引发剂,中和、水分散后在引发剂的作用下进一步引发丙烯酸酯单体的聚合,制得一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。该方法优点为不添加任何有机助溶剂,采用丙烯酸酯类单体为反应过程中的溶剂,达到其真正意义的环境友好性;降低成本且改善水胶的粘接性能及涂布的外观性能;在乳液制备过程中无需添加乳化剂,所制产品性能优良,其既可用于复合用粘合剂领域,亦可用于织物涂层中。

1. 一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征在于,该方法包括:

a、将聚合物二元醇、含羧基的有机羟基化合物加入到反应釜中,加热至完全溶解,降温至 60℃加入异氰酸酯,保持恒温 80 ~ 90℃,反应 2 ~ 4 小时;

所述步骤 a 中的含羧基的有机羟基化合物为:能形成亲水性官能团的具有活性氢的化合物,其中亲水性官能团选自羧酸、磺酸基中的任一种或多种;

所述具有活性氢的化合物采用:二羟甲基丙酸、二羟甲基丁酸、乙二胺基乙磺酸钠、二羟基半酯中的任一种或多种;

b、向步骤 a 的反应釜中加入含羟基的丙烯酸酯类单体,在 60 ~ 80℃下反应 1 ~ 3 小时,反应过程中通过不断加入第一部分丙烯酸酯类单体来降低反应体系的粘度;

所述步骤 b 中的含羟基的丙烯酸酯类单体采用:甲基丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟乙酯中的任一种或多种;

c、使步骤 b 反应后的反应釜降温至 40℃以下,向所述反应釜中加入第二部分丙烯酸酯类单体和引发剂搅匀,再加入适量的中和试剂进行中和,10 ~ 30 分钟后加入去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺进行后扩链反应 20 ~ 60 分钟;

d、使步骤 c 反应后的反应釜保温一段时间后,向所述反应釜中滴加剩余的丙烯酸酯类单体和引发剂,在反应温度 65 ~ 80℃下,3 ~ 5 小时滴加完毕,保温 0.5 ~ 2 小时,升温至 85℃反应 1 ~ 2 小时,使反应完全,降温后即得到固含量为 30 ~ 50% 的聚氨酯复合乳液;

所述步骤 b、步骤 c 及步骤 d 中的丙烯酸酯类单体采用:丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯酸乙酯中的任一种或多种;

上述方法各步骤中,加入的各原料用量按重量比为:所述聚合物二元醇 100:含羧基的有机羟基化合物 4 ~ 8: 异氰酸酯 16 ~ 40: 含羟基的丙烯酸酯类单体 2.0 ~ 8.0:中和剂 3.0 ~ 6.0: 乙二胺 0.8 ~ 0.9;

所述步骤 b 反应过程中加入的第一部分丙烯酸酯类单体、步骤 c 中加入的第二部分丙烯酸酯类单体和步骤 d 中加入的剩余的丙烯酸酯类单体的总量占体系总固含量的 10 ~ 30%,其中所述步骤 b 中加入的第一部分丙烯酸酯类单体的用量占加入的丙烯酸酯类单体总重量的 10 ~ 40%;所述步骤 c 中加入的第二部分丙烯酸酯类单体的用量占加入的丙烯酸酯类单体总重量的 20 ~ 40%;

所述步骤 c 中加入的所述引发剂的用量为体系中丙烯酸酯类单体总重量的 0.5 ~ 2.0%。

2. 根据权利要求 1 所述的丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征在于:所述步骤 a 中的聚合物二元醇采用:聚醚二元醇、聚酯二元醇、聚己内酯二元醇、聚碳酸酯二元醇中的任一种,聚合物二元醇的分子量为 1000 ~ 3000。

3. 根据权利要求 1 所述的丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征在于:所述步骤 a 中的异氰酸酯采用:二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯、1,6-亚己基二异氰酸酯、异氟尔酮二异氰酸酯中的任一种或多种。

4. 根据权利要求 1 所述的丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征在于:所述步骤 b、步骤 c 及步骤 d 中的丙烯酸酯类单体采用:丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯中的任一种或多种。

5. 根据权利要求 1 所述的丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征
在于:所述步骤 c 中的引发剂采用:偶氮二异丁腈、过氧化苯甲酰、过硫酸钾、过硫酸铵中的
任一种或多种。

6. 根据权利要求 1 所述的丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,其特征
在于:所述步骤 c 中的中和剂采用:三乙胺、氢氧化钠、氢氧化钾、三乙醇胺中的任一种或多
种。

丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及粘合剂领域,尤其是涉及一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法。

背景技术

[0002] 目前大多数水性PU(水性聚氨酯复合乳液)主要是由自乳化法制备,无可置疑,水性PU具备无毒、价廉、安全和不燃等优点,但其分子结构中含有亲水性基团,具有涂膜的耐水性、耐溶剂性不足等缺点,而且其价格较高,应用受到限制。而有些单纯丙烯酸酯复膜胶中含有小分子乳化剂,在制品和胶乳中乳化剂向表面移动,使产物耐水性、粘接强度等物理性能下降,且由于本身粘度大,流动性差,不稳定,给操作带来很多不便,通常存在干燥速度慢、复膜后纸品易吸潮、挠曲变形或在热压成形过程中受热起泡等缺陷。

发明内容

[0003] 本发明实施方式提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,可以解决现有方法制备聚氨酯复合乳液中使用有机溶剂对环境污染,且所制得的复合乳液稳定性差、粘接性能差以及涂布外观不好等问题。

[0004] 本发明的目的是通过下述技术方案实现的:

[0005] 本发明实施方式提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,该方法包括:

[0006] a、将聚合物二元醇、含羧基的有机羟基化合物加入到反应釜中,加热至完全溶解,降温至60℃加入异氰酸酯,保持恒温80~90℃,反应2~4小时;

[0007] b、向步骤a的反应釜中加入含羟基的丙烯酸酯类单体,在60~80℃下反应1~3小时,反应过程中通过不断加入第一部分丙烯酸酯类单体来降低反应体系的粘度;

[0008] c、使步骤b反应后的反应釜降温至40℃以下,向所述反应釜中加入第二部分丙烯酸酯类单体的第二部分和引发剂搅匀,再加入适量的中和试剂进行中和,10~30分钟后加入去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺进行后扩链反应20~60分钟;

[0009] d、使步骤c反应后的反应釜保温一段时间后,向所述反应釜中滴加剩余的丙烯酸酯类单体和引发剂,在反应温度65~80℃下,3~5小时滴加完毕,保温0.5~2小时,升温至85℃反应1~2小时,使反应完全,降温后即得到固含量为30~50%的聚氨酯复合乳液

[0010] 本发明的有益效果为:1)此种丙烯酸酯改性水性聚氨酯乳液中不添加任何有机助溶剂,采用丙烯酸酯类单体为反应过程中的溶剂,达到其真正意义的环境友好性;2)在降低成本的同时,改善水胶的粘接性能及涂布的外观性能;3)而且在乳液制备过程中无需添加乳化剂,所制产品性能优良,通过配方调整,其既可用于复合用粘合剂领域,亦可用于织物涂层中。

具体实施方式

[0011] 为便于理解,下面将结合具体实施例,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做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0012] 本发明实施方式提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,该方法包括以下步骤:

[0013] a、将聚合物二元醇、含羧基的有机羟基化合物加入到反应釜中,加热至完全溶解,降温至 60℃加入异氰酸酯,保持恒温 80 ~ 90℃,反应 2 ~ 4 小时;

[0014] b、向步骤 a 的反应釜中加入含羟基的丙烯酸酯类单体,在 60 ~ 80℃下反应 1 ~ 3 小时,反应过程中通过不断加入第一部分丙烯酸酯类单体来降低反应体系的粘度;

[0015] c、使步骤 b 反应后的反应釜降温至 40℃以下,向所述反应釜中加入第二部分丙烯酸酯类单体的第二部分和引发剂搅匀,再加入适量的中和试剂进行中和,10 ~ 30 分钟后加入去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺进行后扩链反应 20 ~ 60 分钟;

[0016] d、使步骤 c 反应后的反应釜保温一段时间后,向所述反应釜中滴加剩余的丙烯酸酯类单体和引发剂,在反应温度 65 ~ 80℃下,3 ~ 5 小时滴加完毕,保温 0.5 ~ 2 小时,升温至 85℃反应 1 ~ 2 小时,使反应完全,降温后即得到固含量为 30 ~ 50% 的聚氨酯复合乳液。

[0017] 上述方法各步骤中,加入的各原料用量按重量比为:所述聚合物二元醇 100 : 含羧基的有机羟基化合物 4 ~ 8 : 异氰酸酯 16 ~ 40 : 含羟基的丙烯酸酯类单体 2.0 ~ 8.0 : 中和剂 3.0 ~ 6.0 : 乙二胺 0.8 ~ 0.9 ;

[0018] 所述步骤 b 反应过程中加入的第一部分丙烯酸酯类单体、步骤 c 中加入的第二部分丙烯酸酯类单体和步骤 d 中加入的剩余的丙烯酸酯类单体的总量占体系总固含量的 10 ~ 30%,其中所述步骤 b 中加入的第一部分丙烯酸酯类单体的用量占加入的丙烯酸酯类单体总重量的 10 ~ 40%;所述步骤 c 中加入的第二部分丙烯酸酯类单体的用量占加入的丙烯酸酯类单体总重量的 20 ~ 40%;剩余的丙烯酸酯类单体占加入的丙烯酸酯类单体总重量的 20 ~ 40% ;

[0019] 所述步骤 c 中加入的所述引发剂的用量为体系中丙烯酸酯类单体总重量的 0.5 ~ 2.0%。

[0020] 上述方法中去离子水的用量可以根据准备制得的聚氨酯复合乳液的固含量确定。

[0021] 上述方法步骤 a 中的聚合物二元醇采用:聚醚二元醇、聚酯二元醇、聚己内酯二元醇、聚碳酸酯二元醇中的任一种,聚合物二元醇的分子量为 1000 ~ 3000 ;

[0022] 上述步骤 a 中的含羧基的有机羟基化合物为:能形成亲水性官能团的具有活性氢的化合物,其中亲水性官能团选自羧酸、磺酸基中的任一种或多种;其中的具有活性氢的化合物采用:二羟甲基丙酸、二羟甲基丁酸、乙二胺基乙磺酸钠、二羟基半酯中的任一种或多种。

[0023] 上述步骤 a 中的异氰酸酯采用:二苯基甲烷-4,4-二异氰酸酯、1,6-亚己基二异氰酸酯、异氟尔酮二异氰酸酯等的任一种或多种。

[0024] 上述步骤 a 中的含羟基的丙烯酸酯类单体采用:甲基丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟乙

酯中的任一种或多种。

[0025] 上述方法步骤 b、步骤 c 及步骤 d 中的丙烯酸酯类单体采用：丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯酸乙酯中的任一种或多种。

[0026] 上述方法步骤 c 中的引发剂采用：偶氮二异丁腈、过氧化苯甲酰、过硫酸钾、过硫酸铵中的任一种或多种；所述引发剂的用量占体系丙烯酸酯类单体总重量的 0.5 ~ 2.0%。

[0027] 上述方法步骤 c 中的中和剂采用：三乙胺、氢氧化钠、氢氧化钾、三乙醇胺中的任一种或多种。

[0028] 本发明实施例的制备方法，以丙烯酸酯类单体替代传统聚氨酯制备过程中所使用的有机助溶剂，进行异氰酸酯和聚合物二元醇的聚合，制得含羟基的聚氨酯预聚体，经降温后引入适量丙烯酸酯单体和引发剂，中和、水分散后在引发剂的作用下进一步引发丙烯酸酯单体的聚合，制得一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。该方法的优点在于：1) 此种丙烯酸酯改性水性聚氨酯乳液中不添加任何有机助溶剂，采用丙烯酸酯类单体为反应过程中的溶剂，达到其真正意义的环境友好性；2) 在降低成本的同时，改善水胶的粘接性能及涂布的外观性能；3) 而且在乳液制备过程中无需添加乳化剂，所制产品性能优良，通过配方调整，其既可用于复合用粘合剂领域，亦可用于织物涂层中。

[0029] 下面结合具体实施例对本发明聚氨酯复合乳液的制备方法作进一步说明。

[0030] 实施例 1

[0031] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法，可制备一种聚氨酯复合乳液，该方法包括以下步骤：

[0032] a. 先将分子量为 2000 的聚酯二元醇 100 重量份、二羟甲基丙酸 7 重量份加入到反应釜中，加热至完全溶解，降温至 60℃ 加入 23 重量份的二苯基甲烷-4,4'-二异氰酸酯，保持恒温 80 ~ 90℃，反应 2h ~ 4h；

[0033] b. 向步骤 a 中的反应釜中加入甲基丙烯酸羟乙酯 7 重量份，在 70℃ 下反应 1h ~ 3h，反应过程中不断加入丙烯酸丁酯（即第一部分丙烯酸酯类单体，共加入 10 重量份的丙烯酸丁酯）以降低反应体系的粘度；

[0034] c. 使步骤 b 反应后的反应釜降温至 40℃，加入 12 重量份的甲基丙烯酸甲酯（即第二部分丙烯酸酯类单体）和 0.5 重量份的引发剂 AIBN 搅匀，再加入 4.9 重量份的中和试剂三乙胺，进行中和，15min 后加入 350 重量份去离子水进行乳化反应，之后加入 0.8 重量份的扩链剂乙二胺后扩链 30min，得到水性聚氨酯分散体；

[0035] d. 保温一段时间后，向步骤 c 得到的水性聚氨酯分散体中滴加剩余的 5 重量份（即剩余的丙烯酸酯类单体）的丙烯酸丁酯和 0.5 重量份的引发剂 AIBN，在反应温度 75℃ 下，4h 滴加完毕，保温 1h，再升温至 85℃ 反应 1h，使反应完全，降温得到固含量在 30% 左右的 PUA 白色乳液，即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0036] 实施例 2

[0037] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法，可制备一种聚氨酯复合乳液，该方法包括以下步骤：

[0038] a. 先将为 2000 分子量的聚醚二元醇 100 重量份、二羟甲基丁酸 8 重量份加入到反应釜中，加热至完全溶解，降温至 60℃ 加入 40 重量份异氟尔酮二异氰酸酯，保持恒温 90℃，反应 2h ~ 4h；

[0039] b. 再向 a 步骤的反应釜中加入甲基丙烯酸羟乙酯 7 重量份, 在 75℃ 下反应 1.5h, 反应过程中不断加入丙烯酸丁酯 (即第一部分丙烯酸酯类单体, 共加入 12 重量份的丙烯酸丁酯) 以降低反应体系的粘度;

[0040] c. 降温至 40℃ 以下, 再向 b 步骤的反应釜中加入 8 重量份的丙烯酸丁酯 (即第二部分丙烯酸酯类单体) 和 0.15 重量份的引发剂 AIBN 搅匀, 再加入 3.3 重量份中和试剂三乙胺, 进行中和, 30min 后加入 170 重量份去离子水进行乳化反应, 然后加入乙二胺 (EDA) 0.8 重量份进行后扩链反应 20min;

[0041] d. 保温一段时间后, 向 c 步骤的反应釜中滴加剩余的甲基丙烯酸甲酯 5 重量份 (即剩余的丙烯酸酯类单体) 和 0.03 重量份的引发剂 AIBN, 在反应温度 70℃ 下, 3h 滴加完毕, 保温 2h, 再升温至 85℃ 反应 1h, 使反应完全, 降温得到固含量在 50% 左右的 PUA 白色乳液, 即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0042] 实施例 3

[0043] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法, 可制备一种聚氨酯复合乳液, 该方法包括以下步骤:

[0044] a. 先将为 2000 分子量的聚醚二元醇 70 重量份、2000 分子量的聚酯二元醇 30 重量份, 二羟甲基丙酸 7 重量份加入到反应釜中, 加热至完全溶解, 降温至 60℃ 加入 23 重量份甲苯二异氰酸酯, 保持恒温 90℃, 反应 2h ~ 4h;

[0045] b. 再向 a 步骤的反应釜中加入甲基丙烯酸羟乙酯 7 重量份, 在 75℃ 下反应 1.5h, 反应过程中不断加入第一部分丙烯酸酯类单体 (甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体, 共加入 10 重量份) 以降低反应体系的粘度;

[0046] c. 降温至 40℃ 以下, 再向 b 步骤的反应釜中加入第二部分丙烯酸单体 (甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体, 共 12 重量份) 和 0.20 重量份的引发剂 AIBN 搅匀, 再加入 5.0 重量份中和试剂三乙胺, 进行中和, 30min 后加入 210 重量份去离子水进行乳化反应, 然后加入乙二胺 (EDA) 0.9 重量份进行后扩链反应 20min;

[0047] d. 保温一段时间后, 向 c 步骤的反应釜中滴加剩余的丙烯酸酯类单体 (甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体, 共 8 重量份) 和 0.03 重量份的引发剂 AIBN, 在反应温度 70℃ 下, 3h 滴加完毕, 保温 2h, 再升温至 85℃ 反应 1h, 使反应完全, 降温得到固含量为 40% 左右的 PUA 白色乳液, 即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0048] 实施例 4

[0049] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法, 可制备一种聚氨酯复合乳液, 该方法包括以下步骤:

[0050] a. 先将为 2000 分子量的聚醚二元醇 100 重量份、二羟甲基丁酸 8 重量份加入到反应釜中, 加热至完全溶解, 降温至 60℃ 加入 36 重量份异氟尔酮二异氰酸酯, 保持恒温 90℃, 反应 2h ~ 4h;

[0051] b. 再向 a 步骤的反应釜中加入甲基丙烯酸羟乙酯 5 重量份, 在 75℃ 下反应 1.5h, 反应过程中不断加入甲基丙烯酸甲酯 (即第一部分丙烯酸酯类单体, 共加入 12 重量份) 以降低反应体系的粘度;

[0052] c. 降温至 40℃ 以下, 再向 b 步骤的反应釜中加入 8 重量份的丙烯酸丁酯 (即第二部分丙烯酸酯类单体) 和 0.15 重量份的引发剂 BPO 搅匀, 再加入 5.2 重量份中和试剂三乙

胺,进行中和,30min后加入205重量份去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺(EDA)0.8重量份进行后扩链反应20min;

[0053] d. 保温一段时间后,向c步骤的反应釜中滴加剩余的甲基丙烯酸甲酯5重量份(即剩余的丙烯酸酯类单体)和0.03重量份的引发剂BPO,在反应温度70℃下,3h滴加完毕,保温2h,再升温至85℃反应1h,使反应完全,降温得到固含量为45%左右的PUA白色乳液,即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0054] 实施例5

[0055] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,可制备一种聚氨酯复合乳液,该方法包括以下步骤:

[0056] a. 先将为2000分子量的聚醚二元醇100重量份、二羟甲基丙酸6重量份、二羟甲基丁酸2重量份加入到反应釜中,加热至完全溶解,降温至60℃加入36重量份异氟尔酮二异氰酸酯,保持恒温90℃,反应2h~4h;

[0057] b. 再向a步骤的反应釜中加入甲基丙烯酸羟乙酯7重量份,在75℃下反应1.5h,反应过程中不断加入第一部分丙烯酸酯类单体(丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸甲酯的混合单体,共加入12重量份)以降低反应体系的粘度;

[0058] c. 降温至40℃以下,再向b步骤的反应釜中加入第二部分8重量份的丙烯酸酯类单体(丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸甲酯的混合单体)和0.15重量份的引发剂APS搅匀,再加入5.6重量份中和试剂三乙胺,进行中和,30min后加入205重量份去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺(EDA)0.8重量份进行后扩链反应20min;

[0059] d. 保温一段时间后,向c步骤的反应釜中滴加剩余的丙烯酸酯类单体5重量份(丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸甲酯的混合单体)和0.03重量份的引发剂APS,在反应温度70℃下,3h滴加完毕,保温2h,再升温至85℃反应1h,使反应完全,降温得到固含量为45%左右的PUA白色乳液,即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0060] 实施例6

[0061] 本实施例提供一种丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液的制备方法,可制备一种聚氨酯复合乳液,该方法包括以下步骤:

[0062] a. 先将为2000分子量的聚醚二元醇50重量份、2000分子量的聚酯二元醇50重量份,二羟甲基丙酸7重量份加入到反应釜中,加热至完全溶解,降温至60℃加入23重量份甲苯二异氰酸酯,保持恒温90℃,反应2h~4h;

[0063] b. 再向a步骤的反应釜中加入丙烯酸羟乙酯5重量份,在75℃下反应1.5h,反应过程中不断加入第一部分丙烯酸酯类单体(甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体,加入量为10重量份)以降低其粘度;

[0064] c. 降温至40℃以下,再向b步骤的反应釜中加入第二部分丙烯酸单体(甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体,共加入12重量份)和0.20重量份的引发剂APS搅匀,再加入5.0重量份中和试剂三乙胺,进行中和,30min后加入210重量份的去离子水进行乳化反应,然后加入乙二胺(EDA)0.9重量份进行后扩链反应20min;

[0065] d. 保温一段时间后,向c步骤的反应釜中滴加剩余丙烯酸酯类单体(甲基丙烯酸甲酯与丙烯酸丁酯的混合单体,加入量为8重量份)和0.03重量份的引发剂APS,在反应温度70℃下,3h滴加完毕,保温2h,再升温至85℃反应1h,使反应完全,降温得到固含量为

40%左右的 PUA 白色乳液,即为丙烯酸酯改性阴离子型聚氨酯复合乳液。

[0066] 综上所述,本发明实施例的制备方法:在丙烯酸酯改性水性聚氨酯乳液中不添加任何有机助溶剂,采用丙烯酸酯类单体为反应过程中的溶剂,达到其真正意义的环境友好性;降低成本的同时,改善水胶的粘接性能及涂布的外观性能;而且在乳液制备过程中无需添加乳化剂,所制产品性能优良,通过配方调整,其既可用于复合用粘合剂领域,亦可用于织物涂层中。

[0067] 以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应该以权利要求书的保护范围为准。