



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102504752 A

(43) 申请公布日 2012.06.20

(21) 申请号 201110390000.3

*C09K 3/10* (2006.01)

(22) 申请日 2011.11.30

(71) 申请人 山东北方现代化学工业有限公司

地址 250033 山东省济南市天桥区新城庄1号

(72) 发明人 王玉东 杜厚俊 张健伟 薛宪莉  
蔡玉海 王国义

(74) 专利代理机构 山东济南齐鲁科技专利事务  
所有限公司 37108

代理人 宋永丽

(51) Int. Cl.

*C09J 175/08* (2006.01)

*C09J 11/04* (2006.01)

*C08G 18/76* (2006.01)

*C08G 18/48* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶

(57) 摘要

本发明公开了一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶及其制备方法,包括下述重量比的原料:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30~55、阻燃增塑剂 10~30、硅烷偶联剂 0.1~1、阻燃粉料 15~30、填料 10~30、催化剂 0.01~0.05 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2~3;其中液态聚醚型聚氨酯预聚体基料由下述重量比的原料制成:普通聚醚多元醇 32.8~57.64、阻燃聚醚多元醇 28.82~54.67、多异氰酸酯 12.51~13.53 和催化剂 0.01。本发明具有良好的物理性能、触变性能力及阻燃性能,并便于施工。

1. 一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,其特征在于:包括下述重量比的原料:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30 ~ 55、阻燃增塑剂 10 ~ 30、硅烷偶联剂 0.1 ~ 1、阻燃粉料 15 ~ 30、填料 10 ~ 30、催化剂 0.01 ~ 0.05 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2 ~ 3;其中液态聚醚型聚氨酯预聚体基料由下述重量比的原料制成:普通聚醚多元醇 32.8 ~ 57.64、阻燃聚醚多元醇 28.82 ~ 54.67、多异氰酸酯 12.51 ~ 13.53 和催化剂 0.01。

2. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,其特征在于:所述阻燃粉料是纳米级氢氧化镁、超细氢氧化铝、三氧化二锑、硼酸锌中的任一种。

3. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,其特征在于:所述阻燃增塑剂是三乙基磷酸酯、乙基膦酸二乙酯、甲苯基二苯基磷酸酯中的任一种。

4. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,其特征在于:由下述原料组成:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 55kg、三乙基磷酸酯 10kg、硅烷偶联剂 1kg、纳米级氢氧化镁 16kg、超细轻质碳酸钙 14.95kg、二月桂酸二丁基锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 3kg;液态聚醚型聚氨酯预聚体基料采用下述重量比原料制成:普通聚醚多元醇 32.8kg、阻燃聚醚多元醇 53.66kg、甲苯二异氰酸酯 13.53kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

5. 权利要求 1 所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶的制备方法,其特征在于:包括下述步骤:

①制备液态聚醚型聚氨酯预聚体基料:按重量比称取普通聚醚多元醇 32.8 ~ 57.64 和阻燃聚醚多元醇 28.82 ~ 54.67 置于容器内,搅拌条件下加热至 100 ~ 115℃,然后用真空泵在搅拌条件下脱水 1 ~ 2 小时,脱水后使容器内物料温度降至 58 ~ 62℃,搅拌条件下按重量比加入多异氰酸酯 12.51 ~ 13.53 和催化剂 0.01,液面通入干燥氮气流保护,再使物料升温至 75℃ ~ 85℃,反应 4 ~ 5 小时后降至室温,得到液态聚醚型聚氨酯预聚体基料备用;

②制备室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶:

(2.1) 按重量比取步骤①中得到的液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30 ~ 55 置入反应釜内,然后按重量比称取阻燃增塑剂 10 ~ 30、硅烷偶联剂 0.5 ~ 1 依次加入反应釜内,在真空条件下搅拌均匀,再用干燥的氮气解除反应釜内的真空,得到混合物备用;

(2.2) 按重量比称取阻燃粉料 15 ~ 30 和填料 10 ~ 30,加入到步骤(2.1)的混合物中,真空条件下搅拌均匀,再按重量比取催化剂 0.01 ~ 0.05 和助剂 0.2 ~ 3 加入到搅拌均匀的物料中进行分散,真空条件下分散均匀后的物料呈膏状物,包装密封即为室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶。

6. 根据权利要求 1 所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,其特征在于:步骤①及步骤(2.2)中所述的催化剂均为二月桂酸二丁基锡、二吗啉二乙基醚或辛酸亚锡中的任一种。

## 一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶

### 技术领域

[0001] 本发明涉及密封胶,是一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 聚氨酯密封胶由于其具有较好的物理等多种性能,广泛应用于汽车密封、内饰粘接及建筑材料等领域。但是,目前使用的聚氨酯密封胶仍存在较多不足:由碳、氢、氧等元素组成的普通型聚氨酯密封胶易燃,并在燃烧过程中热释放速率大、热值高、火焰传播速度快,不易熄灭;同时,燃烧中产生的大量有害性物质,对人们的生命安全和环境造成较大危害;双组份的阻燃型聚氨酯密封胶虽能达到阻燃效果,但在施工现场需要把两种组份混合后使用,这种密封胶对设备依赖度较高,并对使用时间有较高要求,导致施工复杂;另有报道的硅酮类阻燃密封胶,虽具有一定的阻燃效果,但因其撕裂强度较低,并会对密封胶与基材密封接缝的周边造成一定程度的污染,导致其使用范围受到限制。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是,提供一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶及其制备方法,使它具有良好的物理性能、触变性能及阻燃性能,并便于施工。

[0004] 本发明为实现上述目的,通过以下技术方案实现:一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,包括下述重量比的原料:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30 ~ 55、阻燃增塑剂 10 ~ 30、硅烷偶联剂 0.1 ~ 1、阻燃粉料 15 ~ 30、填料 10 ~ 30、催化剂 0.01 ~ 0.05 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2 ~ 3;其中液态聚醚型聚氨酯预聚体基料由下述重量比的原料制成:普通聚醚多元醇 32.8 ~ 57.64、阻燃聚醚多元醇 28.82 ~ 54.67、多异氰酸酯 12.51 ~ 13.53 和催化剂 0.01。

[0005] 本发明所述阻燃粉料是纳米级氢氧化镁、超细氢氧化铝、三氧化二锑、硼酸锌中的任一种。

[0006] 本发明所述阻燃增塑剂是三乙基磷酸酯、乙基膦酸二乙酯、甲苯基二苯基磷酸酯中的任一种。

[0007] 本发明所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶由下述原料组成:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 55kg、三乙基磷酸酯 10kg、硅烷偶联剂 1kg、纳米级氢氧化镁 16kg、超细轻质碳酸钙 14.95kg、二月桂酸二丁基锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 3kg;液态聚醚型聚氨酯预聚体基料采用下述重量比原料制成:普通聚醚多元醇 32.8kg、阻燃聚醚多元醇 53.66kg、甲苯二异氰酸酯 13.53kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

[0008] 本发明所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶的制备方法包括下述步骤:

①制备液态聚醚型聚氨酯预聚体基料:按重量比取普通聚醚多元醇 32.8 ~ 57.64 和阻燃聚醚多元醇 28.82 ~ 54.67 置于容器内,搅拌条件下加热至 100 ~ 115℃,然后用真空泵

在搅拌条件下脱水 1 ~ 2 小时,脱水后使容器内物料温度降至 58 ~ 62℃,搅拌条件下按重量比加入多异氰酸酯 12.51 ~ 13.53 和催化剂 0.01,液面通入干燥氮气流保护,再使物料升温至 75℃ ~ 85℃,反应 4 ~ 5 小时后降至室温,得到液态聚醚型聚氨酯预聚体基料备用;

②制备室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶:

(2.1)按重量比取步骤①中得到的液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30 ~ 55 置入反应釜内,然后按重量比称取阻燃增塑剂 10 ~ 30、硅烷偶联剂 0.5 ~ 1 依次加入反应釜内,在真空条件下搅拌均匀,再用干燥的氮气解除反应釜内的真空,得到混合物备用;

(2.2)按重量比称取阻燃粉料 15 ~ 30 和填料 10 ~ 30,加入到步骤(2.1)的混合物中,真空条件下搅拌均匀,再按重量比称取催化剂 0.01 ~ 0.05 和助剂 0.2 ~ 3 加入到搅拌均匀的物料中进行分散,分散均匀后的物料呈膏状物,包装密封即为室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶。

[0009] 本发明所述的步骤①及步骤(2.2)中所述的催化剂均为二月桂酸二丁基锡、二吗啉二乙基醚或辛酸亚锡中的任一种。

[0010] 本发明提供的单组份密封胶是在密封胶的骨架结构上做到阻燃的,它在达到较好阻燃的同时,不降低产品的物理性能、触变性能和施工性等各种性能。

[0011] 本发明提供的密封胶原料中的液态聚醚型聚氨酯预聚体,在室温湿气作用下能交联固化形成弹性体,对各种基材表面具有良好的粘接力,是密封胶的骨架。由于密封胶预聚体中含有阻燃聚醚,即密封胶的骨架结构为阻燃型的,能更好的使密封胶起到阻燃效果;阻燃增塑剂用于提高产品阻燃性并能调节密封胶固化后的产品硬度;偶联剂用于在填料与聚氨酯之间起到结合作用,有利于填料的分散及密封胶产品的各项力学性能指标的提高;阻燃粉料具有提高产品阻燃性并能起到补强作用;其他填料具有改善密封胶物理性能的作用;催化剂用于调节密封胶施工后的表面干燥时间和固化速度;助剂中的甲基苯磺酰异氰酸酯是一种吸水剂用于吸收密封胶体系中的微量水分,延长密封胶的储存期;活性氧化钙用于吸收密封胶产品在固化过程中产生的微量 CO<sub>2</sub>,减少固化后的密封胶内部气泡的产生。

[0012] 本发明所述各种原料组合后制成的密封胶解决了现有技术存在的多种不足,施工简单易行,施工时只需用专用挤胶枪涂覆于需密封或粘接的表面,不需任何后处理,省时省力;密封胶本身靠吸收空气中的水份固化;粘接性能好,能够适用于各种基材,对表面光滑度无要求,对于各种粗糙不平的表面及各种基材表面均有良好的粘接性,粘接后的密封效果好;所用阻燃材料为无卤环保材料,不会对环境和人体造成危害;遇火能阻止火焰继续蔓延或使其自熄,防止灾害的继续发生,且不放出有害气体。

[0013] 本发明所述的密封胶产品经检测机构检测的性能为:密度 1.25 ~ 1.35g/mL,表干时间 1 ~ 2 小时,剪切强度 2.0 ~ 4.5Mpa,拉伸强度 5.73 ~ 9.15Mpa,断裂伸长率 300 ~ 600%, -20℃低温柔性 2 小时无裂纹,氧指数 ≥ 28 (该指数属于阻燃范围)。本发明所述的密封胶产品通过了汽车内饰燃烧性能 FMVSS302 标准的测试。

## 具体实施方式

[0014] 本发明所述的一种室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶,包括下述重量比的原料:液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30 ~ 55、阻燃增塑剂 10 ~ 30、硅烷偶联剂 0.1 ~ 1、阻燃粉料 15 ~ 30、填料 10 ~ 30、催化剂 0.01 ~ 0.05 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2 ~ 3;其中

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料由下述重量比的原料制成：普通聚醚多元醇 32.8 ~ 57.64、阻燃聚醚多元醇 28.82 ~ 54.67、多异氰酸酯 12.51 ~ 13.53 和催化剂 0.01。

[0015] 本发明所述阻燃粉料是纳米级氢氧化镁、超细氢氧化铝、三氧化二锑、硼酸锌中的任一种。

[0016] 本发明所述阻燃增塑剂是三乙基磷酸酯、乙基膦酸二乙酯、甲苯基二苯基磷酸酯中的任一种。

[0017] 本发明所述的密封胶原料中的催化剂是二月桂酸二丁基锡、二吗啉二乙基醚或辛酸亚锡中的任一种；填料是超细轻质碳酸钙、滑石粉、有机膨润土、纳米碳酸钙或炭黑中的任一种；所述的多异氰酸酯是甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯或六亚甲基二异氰酸酯中的任一种。所述的普通聚醚是分子量在 2000 ~ 10000 之间的两官能度或三官能度的聚醚多元醇。

[0018] 本发明所述的室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶所用原料重量比可以有多种组合：

#### 实施例 1

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 45kg、三乙基磷酸酯 18.4kg、硅烷偶联剂 1kg、纳米级氢氧化镁 15kg、超细轻质碳酸钙 20kg、二月桂酸二丁基锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 1.55kg。

#### [0019] 实施例 2

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 55kg、三乙基磷酸酯 10kg、硅烷偶联剂 1kg、纳米级氢氧化镁 16kg、超细轻质碳酸钙 14.95kg、二月桂酸二丁基锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 3kg。

#### [0020] 实施例 3

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30kg、甲苯基二苯基磷酸酯 28kg、硅烷偶联剂 0.5kg、纳米级氢氧化镁 20kg、有机膨润土 21.29kg、二吗啉二乙基醚 0.01kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2kg。

#### [0021] 实施例 4

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30kg、乙基膦酸二乙酯 30kg、硅烷偶联剂 1kg、超细氢氧化铝 26.4kg、滑石粉 10kg、辛酸亚锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 2.55kg。

#### [0022] 实施例 5

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30kg、甲苯基二苯基磷酸酯 10kg、硅烷偶联剂 0.6kg、硼酸锌 30kg、纳米碳酸钙 27.4kg、二月桂酸二丁基锡 0.04kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 1.96kg。

#### [0023] 实施例 6

液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 40kg、三乙基磷酸酯 19.25kg、硅烷偶联剂 0.5kg、三氧化二锑 10kg、炭黑 30kg、二月桂酸二丁基锡 0.05kg 和甲基苯磺酰异氰酸酯 0.2kg。

[0024] 本发明上述实施例中所述的液态聚醚型聚氨酯预聚体基料采用下述重量比原料制成：

实施例 A、普通聚醚多元醇 32.8kg、阻燃聚醚多元醇 53.66kg、甲苯二异氰酸酯 13.53kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

[0025] 实施例 B、普通聚醚多元醇 57.64kg、阻燃聚醚多元醇 29.84kg、二苯基甲烷二异氰

酸酯 12.51kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

[0026] 实施例 C、普通聚醚多元醇 32.8kg、阻燃聚醚多元醇 54.67kg、异佛尔酮二异氰酸酯 12.52kg 和辛酸亚锡 0.01kg。

[0027] 实施例 D、普通聚醚多元醇 57.64kg、阻燃聚醚多元醇 28.82kg、甲苯二异氰酸酯 13.53kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

[0028] 实施例 E、普通聚醚多元醇 45kg、阻燃聚醚多元醇 41.99kg、六亚甲基二异氰酸酯 13kg 和二月桂酸二丁基锡 0.01kg。

[0029] 实施例 F、普通聚醚多元醇 38.54kg、阻燃聚醚多元醇 48kg、甲苯二异氰酸酯 13.4kg 和辛酸亚锡 0.01kg。

[0030] 本发明所述的实施中的阻燃增塑剂是三乙基磷酸酯、乙基膦酸二乙酯、甲基二苯基磷酸酯,也可以是两种以上的任意组合;阻燃粉料是纳米级氢氧化镁、超细氢氧化铝、三氧化二锑及硼酸锌,也可以是两种以上的任意组合;填料是超细轻质碳酸钙、滑石粉、有机膨润土、纳米碳酸钙或炭黑,也可以是两种以上的任意组合;

本发明上述实施例均采用下述方法制备:

①制备液态聚醚型聚氨酯预聚体基料:按重量比称取普通聚醚多元醇 32.8~57.64 和阻燃聚醚多元醇 28.82~54.67 置于容器内,搅拌条件下加热至 100~115℃,然后用真空泵在搅拌条件下脱水 1~2 小时,脱水后使容器内物料温度降至 58~62℃,搅拌条件下按重量比加入多异氰酸酯 12.51~13.53 和催化剂 0.01,液面通入干燥氮气流保护,再使物料升温至 75~85℃,反应 4~5 小时后再降温至室温,得到液态聚醚型聚氨酯预聚体基料备用;

②制备室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶:

(2.1)按重量比取步骤①中得到的液态聚醚型聚氨酯预聚体基料 30~55,置入反应釜内,然后按重量比称取阻燃增塑剂 10~30、硅烷偶联剂 0.5~1 依次加入反应釜内,在真空条件下搅拌均匀,再用干燥的氮气解除反应釜内的真空,得到混合物备用;

(2.2)按重量比取阻燃粉料 15~30 和填料 10~30 加入到步骤(2.1)的混合物中,真空条件下搅拌均匀,再按重量比称取催化剂 0.01~0.05 和助剂 0.2~3 加入到搅拌均匀的物料中进行分散,分散均匀后的物料呈膏状物,包装、密封即为室温湿气固化单组份阻燃型聚氨酯密封胶。