

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
C08G 18/76
C08G 18/10 C08L 97/02



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 99815014.2

[45] 授权公告日 2004 年 5 月 26 日 [11] 授权公告号 CN 1151190C

[22] 申请日 1999. 12. 18 [21] 申请号 99815014. 2
[30] 优先权
[32] 1998. 12. 23 [33] US [31] 09/221,034
[86] 国际申请 PCT/US1999/030283 1999. 12. 18
[87] 国际公布 WO2000/039185 英 2000. 7. 6
[85] 进入国家阶段日期 2001. 6. 22
[71] 专利权人 美国拜尔公司
地址 美国宾夕法尼亚州
[72] 发明人 J·W·罗斯陶泽
审查员 陈 丽

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 刘元金 王其灏

权利要求书 3 页 说明书 19 页

[54] 发明名称 触变性木材粘结剂组合物
[57] 摘要

本发明涉及一种生产复合木材产品的方法。
该方法包括 a) 将一种触变粘结剂组合物施涂到碎木块上, 以及 b) 模塑或压塑用粘结剂处理过的碎木块, 从而形成复合木材产品。 合适的触变粘结剂组合物包含多亚甲基多(苯基异氰酸酯)和一种高剪切下粘度低于 1,000 厘泊的触变剂。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种生产木材复合材料的方法, 包括:
- 5 A) 碎木块与占木材复合材料总重量 1~25 wt%的触变粘结剂组合物组合在一起, 该触变粘结剂组合物包含:
- 1) 异氰酸酯组分, 选自:
- (a) NCO 基团含量介于 30~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯), 以及
- (b) NCO 基团含量介于 25~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)半预
- 10 聚物;
- 以及
- 2) 触变剂, 选自:
- (a) 矿物种,
- (b) 流变添加剂,
- 15 (c) 下列组分的加合物,
- (1) 多异氰酸酯或多异氰酸酯半预聚物, 与
- (2) 选自(i)取代的芳族二胺, (ii)脂肪胺, 以及(iii)基于脂肪酸的多胺的化合物,
- 20 以及
- (d) 上述的混合物;
- 其中组分 A) 2) 比组分 A) 1) 的重量比介于 0.001:1~0.1:1;
- 以及
- B) 模塑或压塑在 A) 中形成的组合。
- 25 2. 权利要求 1 的方法, 其中碎木块与占木材复合材料总重量 2~10 wt%的触变粘结剂组合物进行组合。
3. 权利要求 2 的方法, 其中 A) 2) 比 A) 1) 的重量比介于 0.002:1~0.05:1。
4. 权利要求 2 的方法, 其中 A) 2) 比 A) 1) 的重量比介于 0.005:1~
- 30 0.02:1。
5. 权利要求 1 的方法, 其中碎木块与占木材复合材料总重量 3~8 wt%的触变粘结剂组合物进行组合。

6. 权利要求 1 的方法, 其中所述触变粘结剂组合物另外还包含:

3) 以触变粘结剂组合物总重量为基准最高 20 wt% 的至少 1 种闪点高于 120℃ 的溶剂。

7. 权利要求 1 的方法, 其中所述触变粘结剂组合物在高剪切下的
5 粘度小于 1,000 厘泊。

8. 权利要求 1 的方法, 其中所述异氰酸酯组分 A) 1) 在 20℃ 的粘度小于 2,000 厘泊。

9. 权利要求 1 的方法, 其中 A) 1) (b) 所述半预聚物的氨酯基团含量介于 0.5 ~ 6%。

10. 权利要求 9 的方法, 其中 A) 1) (b) 所述半预聚物包含多亚甲基多(苯基异氰酸酯)与多元醇的反应产物。

11. 权利要求 10 的方法, 其中所述多元醇包含具有至少 1 个羟基基团并且分子量介于 62 ~ 6,000 的异氰酸酯反应性材料。

12. 权利要求 11 的方法, 其中羟基基团比异氰酸酯基团的当量比
15 介于 0.001:1 ~ 0.20:1。

13. 权利要求 1 的方法, 其中 A) 1) (a) 所述多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的官能度介于 2.1 ~ 3.5, 并且单体含量介于 30% ~ 90 wt%, 而单体含量中包含最高 5 wt% 2,2'-异构体、1 ~ 20 wt% 2,4'-异构体以及 25 ~ 65 wt% 4,4'-异构体, 均以多异氰酸酯的全部重量为基准。

14. 权利要求 1 的方法, 其中所述多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的平均官能度介于 2.5 ~ 3.0, NCO 基团含量介于 30 ~ 32 wt% 并且单体含量介于 40 ~ 50 wt%, 而单体含量中包含不超过 1 wt% 2,2'-异构体、2 ~ 10 wt% 2,4'-异构体以及 35 ~ 45 wt% 4,4'-异构体, 均以多异氰酸酯的全部重量为基准。

15. 权利要求 1 的方法, 其中组分 2) (c) (1) 和 2) (c) (2) 的存在量使得 NCO: NH₂ 当量比介于 50:1 ~ 200:1。

16. 权利要求 1 的方法, 其中 2) (c) (2) (i) 所述取代的芳族二胺包含具有至少 1 个处于每个氨基基团邻位的烷基取代基的芳族二胺。

17. 权利要求 1 的方法, 其中 2) (c) (2) (ii) 所述脂肪胺包含 12 ~ 30
30 个碳原子的脂族或环脂族胺。

18. 权利要求 1 的方法, 其中 2) (c) (2) (iii) 所述基于脂肪酸的多胺包括基于脂肪酸和/或脂肪胺并具有小于 500 的数均分子量的胺官能

多酰氨基胺。

19. 权利要求 1 的方法，其中所述触变剂 2) (c) 是在 1) 所述异氰酸酯组分中就地生成的。

20. 权利要求 6 的方法，其中 3) 所述溶剂的闪点大于 120℃。

5 21. 权利要求 6 的方法，其中 3) 所述溶剂选自芳族加工油、碳酸亚丙基酯、芳烃以及亚麻子油衍生物。

触变性木材粘结剂组合物

5

本发明涉及通过碎木块(木颗粒)与一种触变粘结剂组合物的组合制备木材复合材料的方法。合适的触变粘结剂组合物包含: 1) (a) 多异氰酸酯, 优选多亚甲基多(苯基异氰酸酯), 或者 1) (b) 多异氰酸酯的半预聚物, 优选多亚甲基多(苯基异氰酸酯)半预聚物; 以及 2) 触变剂, 选自: (a) 10 矿物种, (b) 流变种、(c) 由 (i) 多异氰酸酯或其半预聚物与 (ii) 取代的芳族胺和/或 (iii) 脂肪胺生成的加合物, 以及 (d) 上述的混合物。

诸如取向纤维束板、碎料板和刨花板之类的复合材料一般是通过粉碎的木素纤维素材料如刨花、木纤维、碎木块、木材夹心碎片、木条或纤维束、木片或者其他粉碎的木素纤维素材料, 与粘结剂组合物掺混或 15 以其喷洒, 同时粉碎的木素纤维素材料在掺混机之类的设备中不断翻滚或搅拌以达到掺混而制成的。经过充分掺混形成均匀混合物以后, 材料被成形为疏松的垫, 将其放在加热压台(压脚)或板之间压缩, 以便使粘结剂固化, 从而将刨花、纤维束、木条、木片之类粘结在一起成为致密的形式。传统过程通常在约 120~225℃ 的温度, 在由木材或木素纤维素材料放出携带的含湿而产生各种不同数量蒸汽的存在下进行。这些方法 20 通常还要求, 在与粘结剂掺混之前, 木素纤维素材料的含湿量必须介于约 2~约 20 wt% 之间。

层压板(胶合板)的生产过程是: 将粘结剂组合物通过辊涂、刮涂、帘涂或喷涂涂布到薄木片(veneer)表面。然后, 许多薄木片码放起来形成 25 要求厚度的片材。该垫或片材随后放在加热的压机中, 通过压缩达到致密并使该材料固化成为板。

制造此种复合木材产品的过程中一向使用的粘结剂组合物包括酚醛树脂、脲醛树脂和异氰酸酯。例如参见, James B. Wilson 的论文, 题为“用作组合物板粘结剂的异氰酸酯粘合剂”, 发表在《木材粘合剂— 30 一研究、应用和需求》讨论会的论文集中, 该讨论会于 1980-09-23~25 在 Madison, 威斯康星举行, 文中讨论了这些不同类型粘结剂的优、缺点。

异氰酸酯粘结剂在商业上颇受欢迎，因为它们吸水少、粘结和内聚强度高、在固化温度和速率方面配方灵活、多用，加工性能优异、能粘结高含水量木素纤维素材料，并且不释放甲醛。异氰酸酯的缺点是，由于反应性高故加工困难，粘附压台，缺乏冷粘性，成本高以及需要特殊
5 贮存条件。美国专利 3,870,665 和德国公开 2,109,686 公开了多异氰酸酯(及其使用的催化剂)在层压板、纤维板、压塑制品制造中的应用，以及当用作粘结剂时的各种技术优点。

用多亚甲基多(苯基异氰酸酯)(以下称“聚合 MDI”)处理纤维素材料，以便改善产品的强度的技术是已知的。就典型而言，此种处理涉及
10 将异氰酸酯施于材料上，并待异氰酸酯固化，这或者通过加热并加压(例如参见美国专利 3,666,593、5,008,359、5,140,086、5,143,768 和 5,204,176)或者在室温进行(例如参见美国专利 4,617,223 和 5,332,458)来实现。虽然可以让聚合 MDI 在环境条件下固化，但是残余异氰酸酯基团将残留在处理后的产品上达数周，某些情况下甚至数月之久。又知，
15 为此目的可利用甲苯二异氰酸酯。

异氰酸酯预聚物是用于解决粘结剂组合物中各种加工问题，特别是粘附压机压台和高反应性问题的优选异氰酸酯材料之一。例如，美国专利 4,100,328 公开了改善产品脱模性能的异氰酸酯端基预聚物。美国专利 4,609,513 也公开用异氰酸酯端基预聚物粘结剂改善产品脱模的方
20 法。一种采用特殊类型异氰酸酯预聚物来改善室温粘合性的粘结剂组合物公开在美国专利 5,179,143 中。

异氰酸酯粘结剂遇到的主要困难是，异氰酸酯与木素纤维素材料中存在的水以及粘结剂组合物本身中存在的任何水之间的迅速反应。一种尽量减少这种困难的方法是使用仅具有低含湿的木素纤维素材料(即，含
25 湿量介于约 3~约 8%)。此种低含湿量通常是通过纤维原料干燥以降低含湿量实现的。然而，此种干燥却很昂贵，因此对方法的经济性具有显著影响。使用低含湿量材料的缺点还在于，由于干燥过的复合材料制成的板具有吸湿倾向并且当在潮湿环境中使用时容易胀大。

另一种解决含湿和异氰酸酯反应性问题的途径公开在美国专利
30 4,546,039 中。在该公开的方法中，含湿量高达 20%的含木素纤维素原料被涂以主要是二苯甲烷二异氰酸酯(MDI)混合物的预聚物。该预聚物的游离异氰酸酯基团含量介于约 15~约 33.6 wt%，25℃的粘度介于 120~

1000 mPa. s。该预聚物是这样制备的：(1)约 0.05 ~ 约 0.5 羟基当量官能度介于 2 ~ 8、分子量约 62 ~ 约 2000 的多元醇，与 (2)1 当量包含 (a) 和 (b) 的多异氰酸酯混合物起反应，其中 (a) 0 ~ 约 50 wt% 多苯基多亚甲基多异氰酸酯，(b) 约 50 ~ 约 100 wt% 二苯甲烷二异氰酸酯的异构体混合物，后一种混合物包含 10 ~ 75 wt% 2,4'-异构体和 25 ~ 90 wt% 4,4'-异构体。

美国专利 5,002,713 描述一种以含湿量至少是 15%，一般介于 15 ~ 40% 的木素纤维素材料为原料制造压塑制品的方法。在该公开的方法中，在木素纤维素材料中加入催化剂。然后一种耐水粘结剂施涂到含催化剂的木素纤维素中，继而，涂布的材料在低于 400°F 的温度压塑成形为要求的复合材料制品。催化剂是叔胺、有机金属催化剂或二者的混合物。粘结剂可以是诸如下列疏水异氰酸酯中的任何一种：聚合的二苯甲烷二异氰酸酯、间-和对-苯二异氰酸酯、氯苯二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯、甲苯三异氰酸酯、三苯甲烷三异氰酸酯、联苯醚-2,4,4'-三异氰酸酯以及多苯酚多异氰酸酯。催化剂的加入是为了保证，异氰酸酯/水反应速率不被降低到导致生产模塑产品需要的加压时间明显延长的程度。

层压板、取向纤维束板以及平行纤维束板材的压制，同时采用蒸汽注入以及传统粘结剂如脲醛树脂或聚合二苯甲烷二异氰酸酯(PMDI)的方法是已知的。此种已知压制方法的例子公开在美国专利 4,684,489、4,393,019、4,850,849 和 4,517,147 中。这些方法生产的产品，如果粘结剂完全固化的话，具有满意的物理性能。

粘结剂固化的完全程度当然可通过让样品在加工条件下固化不同时间，然后进行破坏试验来确定。生产过程期间使用的固化时间应根据在最短时间内完全固化的样品确定。此种方法的缺点一眼便可看出。宝贵的产品在试验中破坏掉了。再者，任何在木材组成、粘结剂在木材颗粒上的分布广度等，或可能影响到粘结剂固化速率的加工条件等方面的差异，在上述方法中均未考虑。

包含由多异氰酸酯和脲水溶液的组合衍生的脲-增链多异氰酸酯粘结剂组合物，以及该粘结组合物的制备方法，公开在美国专利 5,128,407 中。该参考文献还描述了由木素纤维素的分散颗粒或薄木片制备复合材料的方法，包括以这些粘结组合物涂布颗粒或薄木片。

一种以有机多异氰酸酯化合物作为粘结剂生产木素纤维素型材料的

压塑制品的方法,公开在美国专利 5,744,079 中。该粘结剂包含(A)有机多异氰酸酯,例如 MDI 或 PMDI, (B)熔点介于 50℃~160℃的蜡的水乳液, (C)有机磷酸酯衍生物, 以及(D)任选地, 水。

5 唯一地用多异氰酸酯粘结的复合材料的大规模工业制造, 以前一直很有限。某些多异氰酸酯, 特别是性能较好的异氰酸酯, 例如聚合 MDI, 的应用一直受到其成本的限制。由于成本的制约, 这类昂贵异氰酸酯对给定材料的用量一直保持在低水平。提高此种异氰酸酯用量的一种方法涉及用廉价增链剂(增量剂)使异氰酸酯链加长。

10 已知, 有机多异氰酸酯树脂具有优异粘合性能和作为粘合剂用于热压塑制品如由诸如木片、木纤维之类木素纤维素型材料生产碎料板和中级纤维板的可加工性, 并且这些制品表现出优异物理性能。然而, 此种有机多异氰酸酯树脂的优异粘合性却造成压塑制品牢牢粘附在连续或间歇热压方法中的加热板金属接触表面的缺点。

15 为解决对加热板的讨厌粘附这一缺点, 需要首先在加热板表面喷涂一种隔离剂以形成隔离层(或剥离层)。日本专利公开号 3-21321 公开了一种不同于外部隔离剂喷涂的方法, 其中有机多异氰酸酯与矿物蜡的混合物在热压塑之前被喷涂到木素纤维素型材料上。日本专利公开申请号 4-232004 公开了一种木素纤维素型材料的热压塑方法, 它加入中性正磷酸酯作为相容剂, 以及蜡和多异氰酸酯。

20 低粘度有机多异氰酸酯树脂的另一个性质是它们趋于迅速渗透到木颗粒表面内。渗透的树脂对促进颗粒彼此粘附所起到的效力不如呆在木颗粒表面上的树脂那样好。高粘度树脂的渗透比低粘度来得慢。一项用于涂料和粘合剂工业的简单而常用控制粘度的方法是在树脂组合物中加入触变胶。

25 一种含游离异氰酸酯基团的气干、触变粘结剂的制备方法公开在美国专利 4,719,278 中。它们是通过选择的含游离异氰酸酯基团预聚物或半预聚物与选择的芳族二胺起反应制备的。合适的预聚物或半预聚物是那些含游离异氰酸酯基团并具有约 0.5~20 wt%异氰酸酯含量的。合适的芳族二胺是在每个氨基基团的邻位具有至少 1 个烷基取代基的那些化合物。NC0:NH₂当量比介于约 0.5:1~50:1, 以异氰酸酯组分的异氰酸酯基团与芳族二胺的氨基基团为基准, 条件是, 异氰酸酯基团比氨基基团的当量比至少是 10:1。

30

美国专利 4,692,479 描述了触变添加剂用于聚合 MDI 以改善低粘度多异氰酸酯与粘度高得多的酚醛树脂之间的混合。这类组合物具有约 30,000~40,000 cp(厘泊)的非常高粘度,因此被用作(铸造)型芯粘结剂,但用作木材粘结剂则嫌太粘稠。

- 5 美国专利 5,459,185 和 5,668,222 均描述触变胶在聚氨酯粘合剂的湿固化中的应用。这里的原理是利用胶凝剂或不相容混合物以便为聚氨酯组合物提供触变性能。该粘合剂依然要求大于 30,000 cp 的非常高粘度。

10 本发明的目的是利用少量触变胶来降低 PMDI 树脂在形成木材组合物之前向木颗粒内部的渗透。粘度必须维持在低到足以喷涂树脂的程度。还有,这类材料的加入不得损害形成的复合材料的结构性能。降低树脂向木颗粒内部的渗透将减少可能在压制前接触到反应性异氰酸酯基团的水量。因此,树脂涂布后颗粒的可操作敞露时间得以延长,即便在木颗粒内存在较高含湿量的情况下。

15 发明概述

本发明涉及一种生产木材复合材料的方法,包括:A)碎木块与触变粘结剂组合物组合在一起,以及 B)对 A)中所形成的木颗粒与触变粘结剂组合物的组合进行模塑或压塑。在步骤 A)中与木颗粒组合的合适触变粘结剂组合物包含:

20 1)多异氰酸酯组分,选自:

(a)NCO 基团含量介于约 30~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)组分,优选 20℃的粘度小于约 2,000 厘泊的多亚甲基多(苯基异氰酸酯),最优选官能度介于约 2.1~约 3.5、NCO 基团含量介于约 30%~约 33%,且单体含量介于约 30%~约 90 wt%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯),其中
25 单体含量包含最高约 5 wt%2,2'-异构体,约 1%~约 20 wt%2,4'异构体以及约 25%~约 65 wt%4,4'-异构体,均以多异氰酸酯的整个重量为基准;

以及

(b)NCO 基团含量介于约 25~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的半
30 预聚物,优选氯酯基团含量介于约 0.5~6%且 20℃粘度小于约 2,000 厘泊的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的半预聚物,后者是通过多亚甲基多(苯基异氰酸酯)与多元醇起反应,或者通过多亚甲基多(苯基异氰酸酯)与由

单体亚甲基双(苯基异氰酸酯)生成的预聚物互相掺混制备的;

以及

2)触变剂,选自:

(a)矿物种,

5 (b)流变添加剂,

(c)含NCO端基和脲基团的加合物,它包括下列组分的反应产物,

(1)多异氰酸酯或多异氰酸酯的半预聚物,

与

10 (2)选自(i)取代的芳族二胺,(ii)脂肪胺,以及(iii)基于脂肪酸的多胺的化合物;

以及

(d)上述的混合物。

适合本发明的触变剂在上述多异氰酸酯组分1)中的加入量应使得,形成的触变粘结剂组合物在高剪切(即, ≥ 50 rpm)下的粘度小于1,000
15 厘泊(优选250~750厘泊,最优选250~500厘泊),其中组分2)比组分1)的重量比介于0.001:1~0.1:1,优选0.002:1~0.05:1,最优选0.005:1~0.02:1。

按照本发明,木颗粒与占木材复合材料的总重量的1~25%,优选2~10%,最优选3~8 wt%上面所描述的触变粘结剂组合物进行组合。

20 在本发明优选实施方案中,触变粘结剂组合物另外还包含:

3)最高20 wt%,以触变粘结剂组合物总重量为基准计的高沸点溶剂。

发明详述

涉及到触变剂,本文所使用的术语高剪切是指,其粘度是在25℃,
25 至少50 rpm,优选至少50~100 rpm条件下测定的。

本文所使用的聚合MDI,是指由苯胺-甲醛缩合产物经光气化衍生的3环和/或更高环数的产物。

适合在本发明中用作组合物的组分1)的多异氰酸酯包括(a)NCO基团含量介于约30~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)共混物,优选20℃
30 的粘度小于约20,000厘泊;以及(b)NCO基团含量介于约25~33%的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的半预聚物。这些半预聚物的氨基基团含量介于约0.5~6%且20℃的粘度小于约2,000厘泊。优选的是,本发明的多亚

甲基多(苯基异氰酸酯)共混物和半预聚物在 20℃ 的粘度介于约 20~约 400 厘泊, 最优选约 40~约 250 厘泊。

本发明多异氰酸酯的官能度介于约 2.1~3.5, 优选 2.3~3.0, 最优选 2.6~2.8, 且 NCO 基团含量介于约 30%~约 33%, 优选约 30.5%~约 32.5%, 并且单体含量介于约 30%~约 90 wt%, 优选约 40%~约 70%, 其中单体含量包含最高约 5 wt%2,2'-异构体, 约 1~约 20 wt%2,4'-异构体, 以及约 25~约 65 wt%4,4'-异构体, 均以多异氰酸酯的整个重量为基准。这些异氰酸酯的聚合 MDI 含量占异氰酸酯总重量的约 10~约 70% 重量, 优选约 30%~60%重量。

10 优选的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)共混物的官能度介于 2.2~2.4, 其 NCO 基团含量介于约 31.2~约 32.8 wt%, 单体含量介于约 55%~约 80%, 其中单体含量包含不超过约 3 wt%2,2'-异构体, 约 15%~约 20 wt%2,4'-异构体以及约 40%~约 55 wt%4,4'-异构体, 均以多异氰酸酯整个重量为基准。该多异氰酸酯共混物包含, 以多异氰酸酯整个重量为基准, 约 20~约 45 wt%聚合 MDI。

最优选的多异氰酸酯包括, 例如: 多亚甲基多(苯基异氰酸酯)共混物, 其平均官能度介于约 2.5~约 3.0, 优选约 2.6~约 2.8, NCO 基团含量介于约 30~32 wt%, 单体含量介于约 40~50 wt%, 其中单体含量包含不超过约 1 wt%2,2'-异构体, 约 2%~约 10 wt%2,4'-异构体以及约 20 35%~约 45 wt%4,4'-异构体, 均以多异氰酸酯整个重量为基准。该多异氰酸酯共混物包含, 以多异氰酸酯整个重量为基准, 约 50~约 60 wt% 聚合 MDI。

适合作本发明组分 1) (a) 的多异氰酸酯还包括, 例如: 上面所描述的多异氰酸酯共混物与 MDI 的加合物的混合物, 该加合物例如包括 MDI 的 25 脲基甲酸酯, 如描述在美国专利 5,319,053、5,319,054 和 5,440,003 中, 在此将其公开内容收作参考, 以及 MDI 的碳化二亚胺, 如描述在美国专利 2,853,473、2,941,966、3,152,162、4,088,665、4,294,719 以及 4,244,855 中, 在此将其公开内容收作参考。

适合作本发明组分 1) (b) 的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)的半预聚物 30 包括 NCO 基团含量介于 25~30 wt%的那些半预聚物。这些半预聚物的氨基酯基团含量介于约 0.5~6%, 20℃ 的粘度小于约 2,000 厘泊。就典型而言, 合适的半预聚物可通过多亚甲基多(苯基异氰酸酯)与多元醇起反应

或者通过多亚甲基多(苯基异氰酸酯)与单体亚甲基双(苯基异氰酸酯)的预聚物掺混来制备,例如描述在美国专利 5,462,766 和 5,714,562 中,在此将其公开内容收作参考。

合适的半预聚物还可由单体与聚合的 MDI 的混合物与具有至少 1 个羟基基团并且分子量介于约 62~约 6,000 的异氰酸酯反应性材料来制备。这些异氰酸酯封端的预聚物是通过多异氰酸酯混合物与具有 1~8 个羟基基团并且分子量介于约 62~约 6,000 的异氰酸酯反应性化合物起反应制备的,其中反应物数量应满足,羟基基团对异氰酸酯基团的当量比介于约 0.001:1~约 0.20:1,优选约 0.004:1~约 0.1:1。该多异氰酸酯混合物必须是聚合 MDI 与 MDI 异构体混合物的混合物。

该多异氰酸酯混合物可按先有技术中任何已知技术来生产。二苯甲烷二异氰酸酯的异构体含量,需要的话,可通过技术上熟知的技术控制在要求的范围内。改变异构体含量的一种技术是向聚合 MDI 含量高于要求数值的 MDI 混合物中加入单体 MDI。

由甲苯二异氰酸酯生产过程的残余物制备的聚合异氰酸酯可任选地加入到本发明粘结剂组合物中。此种残余物例如描述在美国专利 5,349,082 中,在此将其公开内容收作参考。

可用于生产本发明半预聚物的异氰酸酯反应性化合物必须具有至少 1 个羟基基团,优选约 2~约 8 个羟基基团,最优选约 2~约 4 个羟基基团,并且分子量介于约 62~约 8,000,优选约 100~约 5,000,最优选约 100~约 2,000。任何满足这一条件、具有至少 1 个羟基基团的已知异氰酸酯反应性材料均可使用。合适的异氰酸酯反应性材料包括但不限于,任何已知的聚酯和聚醚。

可用于生产本发明预聚物的聚酯包括:多元(优选二元)醇与多元(优选二元)羧酸、多羧酸酐或多羧酸的低级醇酯的反应产物。多羧酸可以是脂族、环脂族、芳族和/或杂环的,并且可任选地被取代(例如被卤素原子)和/或是不饱和的。适宜羧酸及其衍生物的具体例子是琥珀酸、戊二酸、己二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸、对苯二甲酸、偏苯三酸、邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、六氢邻苯二甲酸酐、四氯邻苯二甲酸酐、内亚甲基邻苯二甲酸酐、戊二酸酐、马来酸、马来酐、富马酸酐、二聚和三聚不饱和脂肪酸(任选地与单体不饱和脂肪酸,例如油酸形成混合物),对苯二甲酸二甲酯和对苯二甲酸双乙二

醇酯。适宜醇的具体例子是1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、2,3-丁二醇、1,6-己二醇、1,8-辛二醇、新戊二醇、1,4-双羟甲基环己烷、2-甲基-1,3-丙二醇、甘油、三羟甲基丙烷、1,2,6-己三醇、1,2,4-丁三醇、三羟甲基乙烷、季戊四醇、对环己二醇、甘露醇、1,4-环己烷二甲醇、山梨醇、formitol、甲基葡萄糖酐、二甘醇、三甘醇、三甘醇、四甘醇、更高级聚乙二醇、二丙二醇、更高级聚丙二醇、二丁二醇以及更高级聚丁二醇。聚酯可包含端羧基或有一小部分单官能酯封端的官能度。内酯(例如, ϵ -己内酯)的或者二羟基羧酸(例如 ω -羟基己酸)的聚酯也可使用。

10 优选的聚酯是由邻苯二甲酸、间苯二甲酸和对苯二甲酸与乙二醇、二甘醇和更高级聚乙二醇的混合物制备的。该材料通常是在塑料瓶回收过程中获得的。

可用于生产本发明预聚物的聚醚,例如可通过环氧化物本身在路易斯酸催化剂存在下聚合,或者通过将环氧化物加成到含活泼氢原子启动组分,例如水、醇、氨或胺上来制备。可使用的环氧化物包括环氧乙烷、15 环氧丙烷、环氧丁烷、四氢呋喃、氧化苯乙烯以及表氯醇。环氧乙烷、环氧丙烷及其组合是尤其优选的。

适宜启动组分的具体例子包括:乙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丙二醇、三羟甲基丙烷、甘油、山梨醇、4,4'-二羟基二苯基丙烷、苯胺、乙醇胺、20 取代的乙醇胺如甲基乙醇胺和甲基二乙醇胺、乙二胺以及蔗糖。启动组分可单独使用或者与其他启动组分混合使用。

优选的聚醚是聚环氧丙烷在胺,例如氨、乙二胺和取代的乙醇胺上的加合物。

用于生产本发明半预聚物的多异氰酸酯混合物和异氰酸酯反应性材料每一种的用量应满足,羟基基团比异氰酸酯基团的当量比介于约25 0.001:1~约0.20:1,优选约0.004~约0.1:1,最优选约0.005~约0.02这一条件。

本发明半预聚物可通过多异氰酸酯混合物与羟基化合物在约10~约250℃的温度,优选约60~约120℃反应约1~约1500 min,优选约30 30~约200 min的时间来制备。

本发明半预聚物制备中可任选使用的其他材料包括含异氰酸酯反应性氢原子的聚碳酸酯、酯型碳酸酯和醚型碳酸酯

本发明半预聚物的特征在于，20℃的粘度小于2,000厘泊，优选20℃的粘度小于1,000厘泊。该预聚物还要求NCO(即，异氰酸酯基团)含量介于约25~约33%。

按照本发明优选的是，用作组分1)(b)的半预聚物的NCO基团含量
5 介于约27~31%，氨基酯基团含量介于约1~约4%，并且20℃的粘度小于约1,000厘泊。

在本发明中用作组分2)的适宜触变剂选自(a)矿物种，(b)流变添加剂，(c)含NCO端基和脲基团的加合物，它包含(1)多异氰酸酯或其半预聚物与(2)选自(i)取代的芳族二胺，(ii)脂肪胺，以及(iii)基于脂肪酸
10 的多胺的化合物的反应产物，以及(d)上述的混合物。

适合在本发明中用作组分2)(a)的适宜矿物种包括，例如：亲有机粘土，例如高岭土、膨润土、磺酸钙，以及表面改性的亲有机粘土等，二氧化硅，例如硅胶、热解法二氧化硅、沉淀法二氧化硅，以及表面处理的二氧化硅，胶体颗粒如钙和钡的碳酸盐和乙酸盐，硬硅钙石纤维如微米化的合成硅酸钙盐晶体等。
15

适合在本发明中用作触变剂组分2)(b)的适宜流变添加剂包括，例如：聚酯、多胺和/或聚酯胺，后者由脂肪酸如二聚酸或氢化二聚酸、由诸如蓖麻油之类脂肪酸衍生的酯、本领域技术人员已知的脂肪酸酰胺胺来制备。适宜用作本发明触变剂的某些流变添加剂的例子包括但不限于
20 于，诸如氢化蓖麻油-聚酰胺低聚物之类的化合物、由蓖麻油和脂肪酸制备的聚酯、由二胺和聚合脂肪酸制备的聚酰胺、基于氨基端基聚酯和妥尔油脂肪酸和/或脂肪酸二聚体的聚氧化烯-聚酰胺、由聚合脂肪酸制备的聚酯酰胺、由乙氧基化胺，例如乙氧基化cocamine，制备的聚酯酰胺、由酯酰胺和蓖麻油酸制备的聚酯酰胺。

25 本发明的范围还包括使用某种加合物组分2)(c)，作为触变剂。这些加合物(c)包含NCO端基和脲基团。合适的加合物包含下列组分的反应产物：(1)多亚甲基多(苯基异氰酸酯)或其半预聚物，其NCO基团含量介于约25~33wt%，与(2)选自下列的化合物，(i)芳族二胺，具有在每个氨基基团的邻位上取代的至少1个烷基替代基，(ii)脂肪胺，以及(iii)
30 基于脂肪酸的多胺。优选的是，它们是多异氰酸酯或其半预聚物与基于脂肪酸的多胺的加合物。这些组分的含量应使得，NCO:NH₂当量比，即，2)(c)(1):2)(c)(2)，介于约50:1~200:1。

适合用于制备适合在本发明中作为组分 2) (c) 的加合物的多异氰酸酯及其半预聚物包括, NCO 基团含量介于 30 ~ 33% 的多亚甲基多(苯基异氰酸酯), 以及 NCO 基团含量介于 25 ~ 33% 的多亚甲基多(苯基异氰酸酯)半预聚物。

- 5 为制备异氰酸酯半预聚物, 上面例举的原料多异氰酸酯与多羟基化合物在一起反应, 二者的用量应使得获得的半预聚物的异氰酸酯含量介于约 25 ~ 33 wt%, 优选约 27 ~ 31 wt%。该反应按已知方式实施, 一般在约 0°C ~ 250°C 的温度范围内进行。获得包含游离异氰酸酯基团和氨酯基团的反应产物。伴随上述产物的还有未反应原料多异氰酸酯, 具体依加入反应中的多异氰酸酯过量程度而定。

- 适宜制备在本发明方法中作为触变剂的加合物的组分 2) (c) (2) (i) 的取代芳族二胺包括任何芳族二胺, 只要具有至少 1 个位于每个氨基基团邻位的烷基取代基, 特别是这样的二胺, 它具有: 在第 1 氨基基团的邻位的至少 1 个烷基取代基, 以及在第 2 氨基基团的邻位的 2 个烷基取代基, 每个具有 1 ~ 4, 优选 1 ~ 3 个碳原子。那些在每个氨基基团的至少 1 个邻位具有乙基、正丙基、和/或异丙基取代基, 并任选地在该氨基基团的其余邻位具有甲基取代基者, 是尤其优选的。下面是此类二胺的例子: 2, 4-二氨基-1, 3, 5-三甲苯、1, 3, 5-三乙基-2, 4-二氨基苯、1, 3, 5-三异丙基-2, 4-二氨基苯、1-甲基-3, 5-二乙基-2, 4-二氨基苯、1-甲基-3, 5-二乙基-2, 6-二氨基苯、最后提到的 2 种二胺的混合物、4, 6-二甲基-2-乙基-1, 3-二氨基苯、3, 5, 3', 5'-四乙基-4, 4'-二氨基二苯甲烷、3, 5, 3', 5'-四异丙基-4, 4'-二氨基二苯甲烷、3, 5-二乙基-3', 5'-二异丙基-4, 4'-二氨基二苯甲烷、1-叔丁基-3, 5-二甲基-2, 4-二氨基苯、1-叔丁基-3, 5-二甲基-2, 6-二氨基苯及其与 1-甲基-3, 5-二乙基-2, 6-二氨基苯的混合物, 该混合物通常包含最高约 35 wt%, 以整个混合物为基准, 2, 6-异构体, 尤其优选作为本发明的原料组分 2) (c) (2) (i)。

- 适宜在本发明中用于制备加合物 2) (c) (2), 作为组分 2) (c) (2) (ii) 的脂肪胺包括但不限于, 例如: 脂族或环脂族胺, 包含 12 ~ 30 个碳原子, 最优选 18 ~ 24 个碳原子, 或其混合物。此种脂肪胺的例子包括二十二烷胺、二十烷胺以及 N, N-双(2-乙基己基)胺。还包括由各种各样天然油, 包括但不限于, 例如椰子油、棕榈油之类经皂化, 随后胺化制取的产物。

在制备本发明加合物中适合用作组分 2) (c) (2) (iii) 的基于脂肪酸

的多胺包括,例如任何基于脂肪酸和/或脂肪胺的胺官能聚酰氨基胺,只要其数均分子量小于约500。这些包括但不限于,作为由C₁₂₋₁₈脂肪酸、二聚C₃₆₋₅₄脂肪酸(主要由油酸和亚油酸制成)、豆油、妥尔油、亚麻子油、蓖麻油及其二聚体,与多胺,如二亚丙基三胺和六亚甲基二胺以及,特别是乙二胺及其衍生物,二亚乙基三胺、三亚乙基四胺和四亚乙基五胺之间的反应产物的化合物。还包括二聚酸为基础的氨端基聚酰胺,包括这样的反应产物:它包括单-,例如辛酸、硬脂酸或C₄₋₁₂脂族二羧酸,例如己二酸、癸二酸和壬二酸等部分。还包括聚酰氨基胺,分子中包含至少1个聚氧化烯二胺部分,例如Jeffamine D-2000,任选地带有其他多胺。在本发明方法中,触变粘结剂组合物不仅可通过将触变剂加入到多异氰酸酯中来制备,而且也可在多异氰酸酯,即,上面描述的组分1)中就地生成触变加合物2)(c)。这些组分的用量比应使得,本发明组分1)的多异氰酸酯或其半预聚物中异氰酸酯基团,以二苯甲烷系列多异氰酸酯混合物为基准,比取代的芳族二胺、脂肪胺中的或者基于脂肪酸的多胺中的胺基团之间的当量比介于约50:1~200:1,优选约100:1~150:1。

粘结剂组合物被赋予触变性的程度主要取决于通过组分1)与组分2)起反应获得的含脲基团反应产物的比例。为产生要求触变效果所需要的各个原料的数量因此很容易通过少数几个初步试验便加以确定。

制备上面描述的本发明用触变剂的方法优选在室温下,在最高20 wt%适当惰性,优选非极性或仅略带极性的喷漆溶剂,如芳烃加工油、石油烃、二甲苯、甲苯以及此类溶剂混合物中进行。更优选的是,溶剂的用量,以触变粘结剂组合物总重量为基准介于约5%~约20 wt%。优选的是,溶剂具有高沸点、低可燃性和毒性,例如描述在美国专利5,140,856中,在此将其公开内容收作参考。优选的是,溶剂的闪点高于120℃。因此,优选使用例如亚丙基碳酸酯、芳烃和亚麻子油衍生物之类的溶剂和其他增量剂。

加速异氰酸酯加成反应的已知催化剂原则上可用来制备这些触变剂。适合此目的的催化剂包括锡化合物,例如二月桂酸二丁基锡或辛酸锡(II)。其他催化剂描述在《塑料手册》,卷VII中,Becker和Braun, Carl Hanser出版社出版,慕尼黑,1983, pp. 92~98。使用的话,催化剂的用量,以反应物总量为基准介于约0.001~10 wt%,优选约0.002~

0.1 wt%。

其他可包括在本发明触变粘结组合物中的任选添加剂和/或助剂包括，例如：用于减少吸水的蜡乳液或疏松石蜡，防腐剂、表面活性剂如乳化剂和稳定剂、脱模剂如硬脂酸锌以及其他肥皂等。

- 5 一般而言，异氰酸酯组分 1) 与触变剂 2)，按照本领域技术人员已知的一般间歇混合方法采用低剪切和高剪切混合机进行混合。在线或连续混合装置，例如包括销钉混合机、静态混合器等，也适合本发明使用。

本文所使用的术语分子量是指数均分子量，按端基分析确定。

- 10 下面的实施例进一步举例说明本发明方法的细节。上面所公开的本发明，不论在精神上还是在范围上都不受这些实施例的限制。本领域技术人员很容易懂得，还可采用对下面程序的条件做出的各种修改方案。除非另行指出，所有温度都是℃，所有份数和百分数分别是重量份和重量百分数。

实施例

- 15 在本发明实例 1~8 中使用下列组分：

异氰酸酯 A: 聚合 MDI 共混物，粘度约 200 mPa.s，异氰酸酯含量约 31.5% (Mondur®541)

触变胶 A: 市售热解法二氧化硅，由 DeGussa 公司 (Dublin, OH) 按商品名 Aerosil®R202 供应。

- 20 使用的木片是具有类似颗粒型式的白杨木纤维束。这些纤维束尺寸为 12 英寸 X 12 英寸 X 1 mm。木材粘结剂包含异氰酸酯 A 和触变胶 A。

吸收性研究方法：

- 粘度：在不同温度下测定每种样品的粘度，测定时维持 1 rpm 的恒定转子速度。又在不同速度下测定粘度，其间温度恒定在 25℃。表 1 显示，
25 在 1 rpm 下异氰酸酯 A 的粘度对温度的数据；表 2 显示 25℃下异氰酸酯 A 的粘度对转子速度的数据；表 3 显示 0.875%触变胶 A/99.125%异氰酸酯 A 混合物的 25℃粘度对转子速度的数据。

表 1. 在 1 rpm 下, 温度对异氰酸酯 A 的粘度

温度 (°C)	粘度 (mPa.s)
19	410
25	250
48	50
74	25
98	13

表 2. 25°C 下转子速度对异氰酸酯 A 的粘度

速度 (rpm)	粘度 (mPa.s)
1	252
2	250
5	248
10	247
50	243
100	241

5 表 3. 转子速度对 0.875%触变胶 A/99.125%异氰酸酯 A 混合物的 25°C 粘度

速度 (rpm)	粘度 (mPa.s)
1	368
2	358
5	346
10	336
50	315
100	307

样品制备: 木材首先被浸泡在液氮中, 然后用刀片切削成尺寸 5 cmX1 cmX1 mm 的片。这样做的目的是尽量减少切削期间造成的孔隙闭合, 并且根据扫描电子显微镜 (SEM) 检查确认为最佳切削方法。然后, 木材放在干燥烘箱内加热以驱除固有含湿, 并贮存在塑料 ziploc 袋中。采用 IKA Labs Eurostar Digivisc 机械搅拌器在低剪切下 (250~500 rpm) 下引入

诸组分，制成异氰酸酯 A 和触变剂 A(用量的改变:见下表)的样品。每次暴露于大气之后，样品在氮气下浸轧并以石蜡密封。

5 芯吸:木条从分析天平上垂直地悬吊在 Cahn 动态接触角分析仪(型号 DCA-312)的密闭室内。该室接受在氮气下的吹扫，以尽量降低样品内的含湿。室内氮气压力恒定在 1 大气压，并监视温度变化，保持温度变化在 19~28℃的范围。木材浸没在各种不同异氰酸酯/触变剂样品内达 4 mm 深度，大约每一秒钟记录一次被吸入物质的重量(mg)。让样品不受干扰地静置 20 min。每次完成芯吸试验以后，用毫米尺子测量木材上的样品吸入高度。每个样品均芯吸 4 次，但异氰酸酯 A(对照例)则例外，需
10 芯吸 12 次，另外 99%异氰酸酯 A/1%触变剂 A 的样品则芯吸 8 次。表 4 中给出的数值是每种情况的平均值。

表 4:吸收性对触变胶用量的关系

样品号(样品中 Aerosil 百分率)	粘度, mPa.s (25℃, 1 rpm)	25℃密度 (g/mL)	20 min 后平均吸收速率	样品的平均吸入高度 (mm)
1 (0.00 ^A)	252	1.235	6.40×10^{-7}	25.00
2 (0.250)	271	1.235	4.75×10^{-7}	4.75
3 (0.500)	288	1.226	4.80×10^{-7}	3.75
4 (0.750)	317	1.235	3.65×10^{-7}	2.25
5 (0.875)	368	1.238	3.50×10^{-7}	3.50
6 (1.000)	432	1.230	3.60×10^{-7}	4.63
7 (1.500)	543	1.237	4.57×10^{-7}	3.50
8 (3.000)	740	1.225	4.20×10^{-7}	3.50

注:

- 15 A 纯净异氰酸酯 A，作为对照例。
 B 采用泊肃叶定律的计算值(Peoples, S. A., 《Proc. West. Pharmacol. Soc.》15:161~165(1972))。

从表 4 所列数据可以断定，与单独的异氰酸酯相比，触变剂降低了木材吸入触变粘结剂的速率。

- 20 实例 9~15:
 木材复合板研究
 本申请的实例 9~15 中，使用了下列附加组分:

溶剂 A: 一种芳族石油馏分, 商品名 Viplex[®] 885; 由 Crowley 化学公司购得(纽约, 纽约)。

胺 A: 一种市售脂肪酸酰氨基胺, 商品名 Versamid[®] 140, 汉高公司(Kankakee, IL)供应。

5 触变胶 B: 市售有机改性锂蒙脱石粘土, 商品名 Bentone[®] Gel CAO, Rheox 公司(Hightstown, NJ)供应。

触变胶 C: 市售磺酸钙化合物, 商品名 Ircogel[®] 903, Lubrizol 公司(Wickliffe, OH)供应。

10 碎料板配料: 混合的硬木碎块, 包含 6~7%水分, 作为“表面细配料”从 Allegheny 碎料板公司(匹兹堡, 宾夕法尼亚)购得。

OSB 配料: 白杨木纤维束, 尺寸大约 6 英寸 X 6 英寸 X 1 毫米, 具有类似的粒面图案。

如同表 5 中列举的那样, 这些实例的情况是这样的:

实例 9(对照例): 异氰酸酯 A, 以 5 wt%的用量加入到碎料板配料中

15 实例 10: 99.125 wt%异氰酸酯 A 和 0.875 wt%触变剂 A, 混合物以 5 wt%的用量加入到碎料板配料中

实例 11(对照例): 80 wt%异氰酸酯 A 和 20 wt%溶剂 A, 混合物以 5 wt%的用量加入到碎料板配料中

20 实例 12: 79.2 wt%/0.8 wt%的异氰酸酯 A/胺 A 以及 20 wt%溶剂 A, 混合物以 5 wt%的用量加入到碎料板配料中

实例 13: 97 wt%异氰酸酯 A 和 3 wt%触变剂 B, 混合物以 5 wt%的用量加入到 OSB 配料中

实例 14: 97 wt%异氰酸酯 A 和 3 wt%触变剂 C, 混合物以 5 wt%的用量加入到 OSB 配料中

25 实例 15(对照例): 5 wt%异氰酸酯 A 加入到 OSB 配料中。

复合材料按下列程序制备:

触变粘结剂(仅指异氰酸酯和触变剂)的制备程序

30 本发明各种体系的粘结剂的制备采取与实例 1~8 相同的方法, 只是使用的组分有所不同, 具体如表 4 所示。异氰酸酯 A 加入到 16 盎司玻璃容器中, 将其置于 IKA Labs Eurostar Digivisc 可变速机械搅拌器下。启动搅拌器, 速度设定在 1000 rpm, 与此同时慢慢加入各种触变胶。让触变粘结剂组合物混合 10 min, 然后, 肉眼判断材料已经均匀。

稀释粘结剂的制备程序(异氰酸酯和溶剂)

异氰酸酯 A 放入到 16 盎司玻璃容器中, 然后把 IKA Labs Eurostar Digivisc 可变速机械搅拌器放入到异氰酸酯中。加入溶剂 A, 同时不断维持搅拌器搅拌(1000 rpm), 让混合物搅拌 10 min。肉眼判断材料已经均匀。

稀释的触变粘结剂(异氰酸酯/胺触变粘结剂, 其中加入溶剂)的制备程序

制备包括异氰酸酯 A、溶剂 A 和胺 A 的粘结剂: 将异氰酸酯放入到 16 盎司玻璃容器中, 然后把 IKA Labs Eurostar Digivisc 可变速机械搅拌器放入到异氰酸酯中。启动搅拌器, 速度设定在 1000 rpm, 并慢慢加入溶剂 A。让样品混合 10 min, 然后, 肉眼判断材料已经均匀。让样品静置 30 min, 以便让异氰酸酯与溶剂混合期间可能夹带的任何空气放出。样品再次放在 IKA Labs 搅拌器下, 速度设定在 2000 rpm。然后加入胺 A, 在 5 min 内便就地形成触变粘结剂。样品再搅拌 10 min, 然后肉眼判断材料已经均匀。

下面的程序用于制备复合材料板, 其中采用上面所描述的各种不同粘结剂体系。

碎料板的制备程序:

碎料板配料放入到不锈钢碗(与 KitchenAid KSM90 混合机配套的)。将不锈钢碗转移到 KitchenAid 混合机中, 然后在 5 min 的时间内连续地滴加粘结剂混合物, 其间混合机以最低速度设定值运转。该配料再混合 10 min。树脂涂布的配料随后放入到 8 英寸 X8 英寸模板(盒)中。然后, 该模板盒放入到 PHI 液压机(PW-22 系列)中, 在 350°F 下压制 4.5 min。

取向纤维束板(OSB)板片的制备程序

取向纤维束板配料经过筛除去尺寸不够和不规则的纤维束, 然后称重到 2 个 30 加仑塑料容器中, 再放入到 Coil Manufacturing Systems Rotary 掺混机中。异氰酸酯粘结剂称重加入到掺混机内的暂存容器中, 同时也加入 Casco-wax(Borden 化学公司出品的疏松蜡的水分散体)。异氰酸酯的加入量按下面的实施例的规定, 而蜡, 在所有情况下均以相对于复合材料总重量的 0.5 wt% 加入到 OSB 配料中。掺混机开始转动后, 异氰酸酯和蜡借助转钟喷洒装置在 10~15 min 内均匀地分布到配料表面。然后, 涂布树脂和蜡的纤维束再放回到 30 加仑容器中, 以便转移到模板盒中。随后用

- 用手将纤维束按规定重量均匀分布到模板盒中，以获得要求的 40 pcf (磅/立方英尺) 密度。然后，从分布好的纤维束上取下模板盒，于是纤维束便形成垫。在此期间，压机，Newman Hydra-Press，型号 HP-188，加热到工作温度，随后通过压机的加热压台排出一股蒸汽，以除掉管线内可能积累的水。将垫放在 2 个金属压台 (压脚) 之间，并转移到压机中。随后，在预压的垫子内插入探头以测量内部温度和内部压力。然后，在 100 psi 蒸汽压下、对垫子施加 2.5 min 的 600 psi 压力以达到板的压塑成形，从而获得 1.5 英寸厚成品板。

- 制成的板按 ASTM，方法 D1037 “木质纤维和碎料板材料的性能评估” 试验了内部结合强度和厚度胀大。

表 5. 复合板性能

实例号 (说明)	25℃, 1rpm 下的 粘度 (mPa.s)	板密度 (pcf)	内部结合强度 (psi)	厚度胀大 (%)
9 (5%异氰酸酯 A: 对照例)	252	40	240	10.5
10 (异氰酸酯 A/0.875%触变 胶 A)	373	41	259	12
11 (异氰酸酯 A/20%溶剂 A: 对 照例)	203	42	228	13.6
12 (异氰酸酯 A/2%胺 A 和 20% 溶剂 A)	975	42	257	9.7
13 (异氰酸酯 A/3%触变胶 B)	590	40	124	6.7
14 (异氰酸酯 A/3%触变胶 C)	393	40	120	7.2
15 (5%异氰酸酯 A: 对照例)	252	40	128	5.3

从表 5 所列数据可以断定, 与仅含异氰酸酯 A 的样品相比, 含触变粘结剂的样品的性能等于或好于对照例。在树脂用溶剂稀释的情况下(实例 11), 触变胶的加入(实例 12)实际上改善了由它们成形的复合材料性能, 其性能甚至达到优于不含触变胶但多异氰酸酯用量较高的情况(实例 9)。

虽然在上面为说明的目的已详细描述了本发明，但是要知道，这些细节纯粹是为了说明的目的，而本领域技术人员在不偏离本发明精神和范围的条件下还可制订出各种各样的修改，唯一的限制由权利要求规定。