



(21) 申請案號：106119873 (22) 申請日：中華民國 106 (2017) 年 06 月 14 日

(51) Int. Cl. : C09J175/08 (2006.01) C08G18/10 (2006.01)  
 C08G18/34 (2006.01) C08G18/44 (2006.01)  
 C08G18/66 (2006.01) C09J11/06 (2006.01)

(30) 優先權：2016/07/11 美國 62/360,686

(71) 申請人：陶氏全球科技有限責任公司 (美國) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC (US)  
 美國

(72) 發明人：蓋爾弗 米哈伊爾 Y GELFER, MIKHAIL Y. (US)；謝 芮 XIE, RUI (US)；比瑞  
 斯 強納森 BARRUS, JONATHAN (US)

(74) 代理人：劉法正；尹重君

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：16 項 圖式數：0 共 25 頁

## (54) 名稱

雙組分黏著劑組合物及其製備方法

TWO-COMPONENT ADHESIVE COMPOSITIONS AND METHODS OF MAKING SAME

## (57) 摘要

本發明揭示一種溶劑類雙組分黏著劑組合物。所述黏著劑組合物包括異氰酸酯組分及多元醇組分。所述異氰酸酯組分及多元醇組分中之一者或兩者包括至少一種氧化丁烯類多元醇。所述至少一種氧化丁烯類多元醇可選自由以下組成之群：聚氧化丁烯多元醇、聚氧化丁烯-氧化丙烯共聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇及其兩者或多於兩者之組合。亦揭示一種用於形成層狀物之方法。所述方法包括形成黏著劑組合物，所述組合物包括至少一種多元醇，所述至少一種多元醇包括至少一種氧化丁烯類多元醇；將一層所述黏著劑組合物塗覆至膜之表面；使所述層與另一膜之表面接觸以形成層狀物；及固化所述黏著劑組合物。亦揭示一種由此方法形成之層狀物。

A solvent-based two-component adhesive composition is disclosed. The adhesive composition comprises an isocyanate component and a polyol component. One or both of the isocyanate component and polyol component comprises at least one butylene oxide-based polyol. The at least one butylene oxide-based polyol can be selected from the group consisting of a polybutylene oxide polyols, polybutylene oxide-propylene oxide copolymer polyols, polybutylene oxide-polyethylene oxide copolymer polyols, and combinations of two or more thereof. A method for forming a laminate is also disclosed. The method comprises forming an adhesive composition, the composition comprising at least one polyol comprising at least one butylene oxide-based polyol, applying a layer of the adhesive composition to a surface of a film, bringing the layer into contact with a surface of another film to form a laminate, and curing the adhesive composition. A laminate formed by this method is also disclosed.

201809201

## 發明摘要

※ 申請案號： 106119873

※ 申請日： 106/06/14

※IPC 分類： C09J 11/06 (2006.01)

C09J 175/08 (2006.01)

C08G 18/10 (2006.01)

C08G 18/34 (2006.01)

C08G 18/44 (2006.01)

C08G 18/66 (2006.01)

## 【發明名稱】(中文/英文)

雙組分黏著劑組合物及其製備方法

TWO-COMPONENT ADHESIVE COMPOSITIONS AND  
METHODS OF MAKING SAME

## 【中文】

本發明揭示一種溶劑類雙組分黏著劑組合物。所述黏著劑組合物包括異氰酸酯組分及多元醇組分。所述異氰酸酯組分及多元醇組分中之一者或兩者包括至少一種氧化丁烯類多元醇。所述至少一種氧化丁烯類多元醇可選自由以下組成之群：聚氧化丁烯多元醇、聚氧化丁烯-氧化丙烯共聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇及其兩者或多於兩者之組合。亦揭示一種用於形成層狀物之方法。所述方法包括形成黏著劑組合物，所述組合物包括至少一種多元醇，所述至少一種多元醇包括至少一種氧化丁烯類多元醇；將一層所述黏著劑組合物塗覆至膜之表面；使所述層與另一膜之表面接觸以形成層狀物；及固化所述黏著劑組合物。亦揭示一種由此方法形成之層狀物。

## 【英文】

A solvent-based two-component adhesive composition is disclosed. The adhesive composition comprises an isocyanate component and a polyol component. One or both of the isocyanate component and polyol component comprises at least one butylene oxide-based polyol. The at least one butylene

oxide-based polyol can be selected from the group consisting of a polybutylene oxide polyols, polybutylene oxide-propylene oxide copolymer polyols, polybutylene oxide-polyethylene oxide copolymer polyols, and combinations of two or more thereof. A method for forming a laminate is also disclosed. The method comprises forming an adhesive composition, the composition comprising at least one polyol comprising at least one butylene oxide-based polyol, applying a layer of the adhesive composition to a surface of a film, bringing the layer into contact with a surface of another film to form a laminate, and curing the adhesive composition. A laminate formed by this method is also disclosed.

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：無。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

雙組分黏著劑組合物及其製備方法

TWO-COMPONENT ADHESIVE COMPOSITIONS AND  
METHODS OF MAKING SAME

## 【技術領域】

【0001】 本發明係關於黏著劑組合物。更明確而言，本發明係關於供與層壓膜一起使用之雙組分黏著劑組合物，所述組合物具有改良的耐化學性及耐熱性以及水解穩定性；及製備所述組合物的方法。

## 【先前技術】

【0002】 黏著劑組合物適用於各種目的。舉例而言，黏著劑組合物用於將基板，諸如聚乙烯、聚丙烯、聚酯、聚醯胺、金屬、紙或塞璐芬（cellophane）黏結在一起以形成複合膜，亦即層狀物。黏著劑在不同的層壓最終用途應用中之用途為一般已知的。舉例而言，黏著劑可用於製造用於封裝行業，尤其用於食品封裝之膜/膜及膜/箔層狀物。用於層壓應用中之黏著劑或「層壓黏著劑」一般可分為三種類別：溶劑類、水類及無溶劑。黏著劑之效能視類別及塗覆黏著劑之應用而改變。

【0003】 在溶劑類層壓黏著劑之類別內，存在諸多種類。一種特定種類包含雙組分聚胺基甲酸酯類層壓黏著劑。通常，雙組分聚胺基甲酸酯類層壓黏著劑包含第一組分，所述第一組分包括異氰酸酯及/或聚胺基甲酸酯預聚物；及第二組

分，所述第二組分包括一或多種多元醇。聚胺基甲酸酯預聚物可由聚異氰酸酯與聚醚多元醇及/或聚酯多元醇之反應獲得。第二組分為聚醚多元醇及/或聚酯多元醇。各組分可視情況包含一或多種添加劑。此類系統中所常用之溶劑包含甲基乙基酮、乙酸乙酯、甲苯及其類似物，其皆必須為無濕氣的以防止聚胺基甲酸酯之異氰酸酯基過早反應。

**【0004】** 兩種組分以預定比率合併，藉此形成黏著劑組合物。隨後將溶劑中所攜載之黏著劑組合物塗覆於膜/箔基板上。溶劑自所塗覆之黏著劑組合物蒸發。隨後使另一膜/箔基板與另一基板接觸，形成可固化層狀結構。層狀結構隨後經固化以將兩個基板黏結在一起。溶劑類層壓黏著劑歸因於乾燥但尚未固化之黏著劑組合物之高黏度而傾向於呈現良好的早期黏結強度，在此項技術中稱為「濕強度」。

**【0005】** 針對溶劑類黏著劑之關鍵考量包含耐化學性及耐熱性以及水解穩定性。當黏著劑用於食品封裝（諸如熱填充及殺菌釜應用）中時，此等考量為尤其重要的。習知聚醚及/或聚酯類聚胺基甲酸酯黏著劑歸因於聚醚及聚酯主鏈之固有缺陷而在此等應用中呈現較不期望效能。儘管聚醚鍵與聚酯鍵相比對濕氣更具耐受性，但聚醚多元醇通常具有弱的耐化學性及耐熱性。另一方面，儘管聚酯多元醇展現較大耐化學性及耐熱性，但其通常具有弱的耐水解性，尤其在高溫下。

**【0006】** 因此，具有改良的耐化學性及耐熱性以及水解穩定性的雙組分聚胺基甲酸酯類層壓黏著劑組合物及其製備方法為所期望的。

**【發明內容】**

**【0007】** 揭示一種溶劑類雙組分黏著劑組合物。黏著劑組合物包括異氰酸酯組分，所述異氰酸酯組分包括至少一種異氰酸酯。所述至少一種異氰酸酯可選自由以下組成之群：異氰酸酯預聚物、異氰酸酯單體、聚異氰酸酯（例如，二聚體、三聚體等）及其兩者或多於兩者之組合。

**【0008】** 黏著劑組合物進一步包括多元醇組分，所述多元醇組分包括至少一種氧化丁烯類多元醇。所述至少一種氧化丁烯類多元醇可選自由以下組成之群：聚氧化丁烯多元醇、聚氧化丁烯-氧化丙烯共聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇及其兩者或多於兩者之組合。包含至少一種氧化丁烯類多元醇相對於現有雙組分黏著劑組合物改良所揭示之黏著劑組合物之耐化學性及耐熱性以及水解穩定性。

**【0009】** 亦揭示一種用於形成層狀物之方法。所述方法包括形成黏著劑組合物，所述組合物包括至少一種多元醇，所述至少一種多元醇包括至少一種氧化丁烯類多元醇；將黏著劑組合物之層塗覆至膜之表面；使所述層與另一膜之表面接觸以形成層狀物；及固化黏著劑組合物。亦揭示一種由此方法形成之層狀物。

#### **【圖式簡單說明】**

**【0010】** 無

#### **【實施方式】**

**【0011】** 根據本發明之雙組分黏著劑組合物包括異氰酸酯組分及多元醇組分。組分可經混合以形成黏著劑組合物。

#### 異氰酸酯組分

**【0012】** 異氰酸酯組分包括至少一種異氰酸酯。異氰酸酯

可選自由以下組成之群：異氰酸酯預聚物、異氰酸酯單體、聚異氰酸酯（例如，二聚體、三聚體等）及其兩者或多於兩者之組合。如本文所使用，「聚異氰酸酯」為任何含有兩個或多於兩個異氰酸酯基團之化合物。

**【0013】** 此外，所述至少一種異氰酸酯可選自由以下組成之群：芳族聚異氰酸酯、脂族聚異氰酸酯、環脂族聚異氰酸酯及其兩者或多於兩者之組合。「芳族聚異氰酸酯」為含有一或多個芳環之聚異氰酸酯。「脂族聚異氰酸酯」不含芳環。「環脂族聚異氰酸酯」為脂族聚異氰酸酯之子集，其中化學鍵為環結構。

**【0014】** 適合之芳族聚異氰酸酯包含（但不限於）二異氰酸 1,3-伸苯酯及二異氰酸 1,4-伸苯酯、二異氰酸 1,5-伸萘酯、二異氰酸 2,6-甲苯酯、二異氰酸 2,4-甲苯酯（2,4-TDI）、2,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯（2,4'-MDI）、4,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯（4,4'-MDI）、3,3'-二甲基-4,4'-聯苯二異氰酸酯（TODI）、聚合異氰酸酯及其兩者或多於兩者之組合。

**【0015】** 適合之脂族聚異氰酸酯在直鏈或分支鏈伸烷基殘基中具有 3 至 16 個碳原子或 4 至 12 個碳原子。適合之環脂族或環脂族二異氰酸酯在伸環烷基殘基中宜具有 4 至 18 個碳原子，較佳 6 至 15 個碳原子。本領域中熟習此項技術者充分理解環脂族二異氰酸酯同時意謂環及脂族鍵結 NCO 基團，諸如異佛酮二異氰酸酯。與此相對比，應理解，環脂族二異氰酸酯意謂僅具有直接鍵結至環脂族環之 NCO 基的環脂族二異氰酸酯，例如 H<sub>12</sub>MDI。

**【0016】** 脂族聚異氰酸酯及環脂族聚異氰酸酯之實例包

含環己烷二異氰酸酯、甲基環己烷二異氰酸酯、乙基環己烷二異氰酸酯、丙基環己烷二異氰酸酯、甲基二乙基環己烷二異氰酸酯、丙烷二異氰酸酯、丁烷二異氰酸酯、戊烷二異氰酸酯、己烷二異氰酸酯、庚烷二異氰酸酯、辛烷二異氰酸酯、壬烷二異氰酸酯、壬烷三異氰酸酯（諸如 4-異氰酸酯基甲基-1,8-辛烷二異氰酸酯（TIN））、癸烷二異氰酸酯及癸烷三異氰酸酯、十一烷二異氰酸酯及十一烷三異氰酸酯及十二烷二異氰酸酯及十二烷三異氰酸酯、異佛酮二異氰酸酯（IPDI）、二異氰酸六亞甲酯（HDI）、二異氰酸基二環己基甲烷（H<sub>12</sub>MDI）、2-甲基戊烷二異氰酸酯（MPDI）、二異氰酸 2,2,4-三甲基六亞甲酯/二異氰酸 2,4,4-三甲基六亞甲酯（TMDI）、降冰片烷二異氰酸酯（NBDI）、二異氰酸苯二甲酯（XDI）、二異氰酸四甲基苯二甲酯及二聚體、三聚體及上文之混合物。

**【0017】** 根據本發明，其他異氰酸酯，諸如 4-甲基-環己烷 1,3-二異氰酸酯、二異氰酸 2-丁基-2-乙基伸戊酯、異氰酸 3(4)-異氰酸基甲基-1-甲基環己酯、異氰酸 2-異氰酸基丙基環己酯、2,4'-亞甲基雙(環己基)二異氰酸酯及 1,4-二異氰酸基-4-甲基-戊烷亦適用。

**【0018】** 根據本發明使用之聚胺基甲酸酯預聚物由以大於 1.5、或 2 至 6 之間或 2.5 至 4 之間的化學計量比(NCO/OH)的聚異氰酸酯與異氰酸酯反應性組分的反應產物組成。聚異氰酸酯選自芳族異氰酸酯、脂族異氰酸酯及環脂族異氰酸酯。可與聚異氰酸酯反應形成聚胺基甲酸酯預聚物之適合的化合物包含具有羥基、胺基及硫基之化合物。以異氰酸酯反應性組分之總重量計，異氰酸酯反應性組分可包括 5 至 100

重量%之一或多種氧化丁烯類多元醇。化合物之實例包含聚酯、聚己內酯、聚醚、聚丙烯酸酯、聚碳酸酯、多元醇及其兩者或多於兩者之組合。異氰酸酯反應性組分之平均羥基數可為 5 至 2,000 mg KOH/g 且平均莫耳質量為 62 至 20,000 g/mol。較佳地，異氰酸酯反應性組分之平均 OH 數為 14 至 850 mg KOH/g，且更佳 56 至 500 mg KOH/g，最佳 110 至 450。異氰酸酯反應性組分之平均官能度可為 1 至 6，或 1.8 至 4，或 2 至 3。多元醇組分之平均分子量可為 25 至 12,000 g/mol，或 250 至 6,000 g/mol，或 350 至 3,000 g/mol。

**【0019】** 具有聚異氰酸酯基團，諸如異氰酸酯組分之異氰酸酯預聚物的化合物可藉由參數「NCO%」表徵，所述參數為以化合物之重量計，聚異氰酸酯基團按重量計的量。參數 NCO%藉由 ASTM D 2572-97(2010)的方法量測。所揭示異氰酸酯組分之 NCO%為至少 3 wt%、或至少 5 wt%、或至少 7 wt%。在一些實施例中，異氰酸酯組分之 NCO%不超過 30 wt%、或 25 wt%、或 22 wt%、或 19 wt%。

**【0020】** 在一些實施例中，異氰酸酯組分之黏度如藉由 ASTM D2196 之方法所量測在 25°C 下為 300 mPa-s 至 20,000 mPa-s。

**【0021】** 異氰酸酯組分可視情況包括一或多種催化劑。根據本發明，適用之至少一種催化劑之實例包含（但不限於）二月桂酸二丁錫、乙酸鋅、2,2-二嗎啉基二乙基醚及其組合。

#### 多元醇組分

**【0022】** 黏著劑組合物進一步包括多元醇組分，所述多元醇組分包括至少一種氧化丁烯類多元醇。所述至少一種氧化

丁烯類多元醇可選自由以下組成之群：聚氧化丁烯均聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化丙烯共聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇及其兩者或多於兩者之組合。

**【0023】** 根據本發明，適用之聚氧化丁烯類多元醇包含（但不限於）具有 150 g/mol 至 12,000 g/mol 之分子量及 1.0 至 6.0 之官能度、較佳具有 250 至 4000 g/mol 之分子量及 2.0 至 4.0 之官能度且最佳具有 350 至 2000 之分子量及 2.0 至 3.0 之官能度的聚氧化丁烯均聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化丙烯共聚物多元醇及聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇。基於聚氧化丁烯及聚氧化丙烯及聚丁烯-聚氧化乙烯之共聚物可含有 10%至 100%之聚氧化丁烯，較佳 30%至 100%聚氧化丁烯且最佳 50%至 100 wt%之聚氧化丁烯。

**【0024】** 在一些實施例中，至少一種氧化丁烯類多元醇可僅在異氰酸酯組分中，例如，作為用於產生如上文所論述之預聚物的反應物。在其他實施例中，至少一種氧化丁烯類多元醇可僅在如上文所論述之多元醇組分中。在又其他實施例中，至少一種氧化丁烯類多元醇可在異氰酸酯組分及多元醇組分兩者中。當在兩種組分中時，各相應組分中之氧化丁烯類多元醇可為相同類型氧化丁烯類多元醇或不同類型氧化丁烯類多元醇。

**【0025】** 在一些實施例中，異氰酸酯組分與多元醇組分之化學計量比為 1:1 或高於 1:1，諸如 1.2:1 或高於 1.2:1，或諸如 1.4:1 或高於 1.4:1。在其他實施例中，異氰酸酯組分與多元醇組分之化學計量比為 2.5:1 或低於 2.5:1，諸如 2:1 或低於 2:1，或諸如 1.8:1 或低於 1.8:1。一般而言，工業應用（例如，

管道)之異氰酸酯組分與多元醇組分的比率可相對高於消費型商品應用(例如,食品封裝)的比率,在所述消費型商品應用中,異氰酸酯自黏著劑轉移至食品為一個安全問題。

**【0026】** 在一些實施例中,溶劑可併入至黏著劑組合物中以形成溶劑類黏著劑。根據本發明,適用之溶劑之實例包含乙酸乙酯、甲基乙基酮、甲苯及其兩者或多於兩者之組合。

**【0027】** 在一些實施例中,一或多種添加劑可視情況包含於黏著劑組合物中。所述添加劑之實例包含(但不限於)增黏劑、塑化劑、流變改質劑、助黏劑、抗氧化劑、填充劑、著色劑、界面活性劑、催化劑、溶劑及其兩者或多於兩者之組合。

**【0028】** 在一些實施例中,一或多種催化劑可視情況包含於黏著劑組合物中。

#### 黏著劑組合物調配物

**【0029】** 預期所揭示黏著劑組合物之異氰酸酯組分及多元醇組分可分開製造,且若需要,加以儲存直至需要使用黏著劑組合物為止。在一些實施例中,異氰酸酯組分與多元醇組分在 25°C 下各為液體。當需要使用黏著劑組合物時,使異氰酸酯組分及多元醇組分彼此接觸且混合在一起。預期當使此等兩種組分接觸時,開始固化反應,其中異氰酸酯基團與羥基反應以形成胺基甲酸酯鍵聯。藉由使兩種組分接觸形成之黏著劑組合物可稱作「可固化混合物」。

**【0030】** 亦揭示一種使用黏著劑組合物形成層狀物之方法。在一些實施例中,黏著劑組合物,諸如如上文所述之黏著劑組合物呈液態。在一些實施例中,組合物在 25°C 下為液

體。即使組合物在 25°C 下為固體，但視需要仍可接受加熱組合物以使其處於液態。將一層組合物塗覆至膜表面。「膜」為在一個維度中為 0.5 mm 或小於 0.5 mm 且在其他兩個維度中均為 1 cm 或大於 1 cm 的任何結構。聚合物膜為由聚合物或聚合物之混合物製成的膜。聚合物膜之組成通常為 80 重量% 或大於 80 重量% 一或多種聚合物。在一些實施例中，可固化混合物層之厚度為 1 至 5  $\mu\text{m}$ 。

**【0031】** 在一些實施例中，使另一膜之表面與可固化混合物層接觸以形成未固化層狀物。在一些實施例中，當相比於在與多元醇組分接觸之前異氰酸酯組分中存在的聚異氰酸酯基團的量，黏著劑組合物中存在之未反應聚異氰酸酯基團的量以莫耳計為至少 50%、或至少 75%、或至少 90% 時，製得未固化層狀物。當可固化混合物中存在的未反應聚異氰酸酯基團的量小於 100%、或小於 97%、或小於 95% 時，進一步製得未固化層狀物。

**【0032】** 可固化混合物隨後經固化或允許其固化。未固化層狀物可經受壓力，例如藉由穿過可經或可未經加熱之軋輥。未固化層狀物可經加熱以加速固化反應。

**【0033】** 適合之膜包含紙、編織及非編織織物、金屬箔、聚合物及金屬化聚合物膜。膜視情況具有在其上用油墨印刷影像的表面。油墨可與黏著劑組合物接觸。在一些實施例中，膜為聚合物膜及金屬塗佈之聚合物膜，更佳為聚合物膜。

### 本發明之實例

**【0034】** 本發明現將藉由說明性實例及比較實例（統稱為「實例」）進一步詳細解釋。然而，本發明之範疇當然不限於

實例中所闡述之調配物。確切而言，實例對本發明而言僅為說明性的。

#### 黏結強度量測

【0035】 對切割成 15 mm 或 25.4 mm (1 吋) 寬條帶且在配備有 50 N 測力計之 Thwing Albert™ QC-3A 剝離測試儀上以 10 吋/分鐘之速率對 1 吋條帶進行牽拉的層狀物樣品進行 90°T-剝離測試。當形成層狀物之兩個膜分離，亦即剝離時，記錄牽拉期間之平均力。若膜中之一者伸長或斷裂，則記錄最大力或斷裂時的力。所記錄值為對三個獨立層狀物樣品所進行之測試的平均值。

【0036】 失效模式 (「FM (failure mode)」) 或失效模式 (「MOF (mode of failure)」) 記錄如下：「FS」指示拉伸膜；「FT」指示撕裂或斷裂之膜；「AF」指示黏著失效，其中第一膜上之黏著劑無法黏著於第二膜；「AT」指示黏著劑轉移，其中黏著劑無法黏著於第一膜且轉移至第二膜；「AS」指示黏著劑分解或內聚失效，其中發現黏著劑處於第一膜及第二膜兩者上；「MT」指示金屬自金屬化膜轉移至第二膜 (「PMT」指示部分金屬轉移)。

【0037】 製成層狀物之後儘快測試初始黏結或「濕 (green)」黏結。以如下文所指示之時間間隔，諸如一天之後及七天之後進行額外 T-剝離測試。

#### 蒸煮袋測試程序

【0038】 層狀物由如上文所述之「prelam」膜，Prelam A1 及 GF-19 以及 92-LBT 及 GF-19 製備。摺疊 9" × 12" (23 cm × 30.5 cm) 層狀物薄片以得到約 9" × 6" (23 cm × 15.25 cm)

之雙層，使得一個層之聚乙烯膜與另一層之聚乙烯膜接觸。在切紙機上修整邊緣以得到約 5" × 7" (12.7 cm × 17.8 cm) 摺疊件。在邊緣處熱封兩個長邊及一個短邊以得到內部尺寸為 4" × 6" (10.2 cm × 15.2 cm) 之成品小袋。在 276 kPa (40 psi) 之液壓下在 177°C (350°F) 下進行熱封持續一秒。針對各測試製備多於一個小袋。

**【0039】** 經由開口側用 100 ± 5 ml 之「1:1:1 醬」(相等重量份之番茄醬、醋及植物油之摻合物) 填充小袋。在填充期間，避免將所述醬噴濺至熱封區域上，因為此可導致測試期間熱封失敗。填充之後，以使小袋內部之滯留空氣降至最低的方式密封小袋頂部。

**【0040】** 對各小袋之全部四邊的密封完整性進行檢查以確保不存在可導致小袋在測試期間發生洩漏之密封缺陷。丟棄任何可疑小袋且用測試可接受之小袋加以替代。在一些情況下，標記層狀物中之缺陷以鑑別在測試期間是否會有新的額外缺陷產生。

**【0041】** 用水將鍋填充至三分之二滿，將其加熱至滾沸。達成沸騰之後，用蓋子覆蓋所述鍋以將水及蒸汽損失降至最低。在測試期間觀測所述鍋以確保存在足夠的水來保持沸騰。將小袋置放於沸水中且使沸騰保持 30 分鐘。移除小袋且將(若存在)穿隧、起泡、脫層及/或漏泄之程度與經標記之先前存在的缺陷進行比較。記錄觀測結果。隨後將小袋切開，清空且用肥皂及水沖洗。自小袋切割出一或多個 1" (2.54 cm) 條帶且根據先前所述之標準黏結強度測試量測層狀物黏結強度。此儘快在移除小袋內含物之後完成。檢查小袋內部且記

錄下任何其他可見缺陷。

#### 軟化劑測試程序

【0042】 層狀物由如上文所述之「prelam」膜，Prelam A1 及 GF-19 以及 92-LBT 及 GF-19 製備。摺疊 9" × 12" (23 cm × 30.5 cm) 層狀物薄片其中之一者產生約 9" × 6" (23 cm × 15.25 cm) 之雙層，以使得一個層之聚乙烯膜與另一層之聚乙烯膜接觸。在切紙機上修整邊緣以得到約 5" × 7" (12.7 × 17.8 cm) 摺疊件。在邊緣處熱封兩個長邊及一個短邊以得到內部尺寸為 4" × 6" (10.2 cm × 15.2 cm) 之成品小袋。在 276 kPa (40 psi) 之液壓下在 177°C (350°F) 下進行熱封持續一秒。針對各測試製備多於一個小袋。

【0043】 經由開口側用 100 ± 5 ml 購自超級市場之軟化劑 (此情況為由 The Dial Corporation, Henkel Company 製備之 Purex Mountain Breeze Ultra) 填充小袋。填充之後，以使小袋內部之滯留空氣降至最低的方式密封小袋頂部。

【0044】 對小袋之全部四邊的密封完整性進行檢查以確保不存在可能會導致小袋在測試期間發生漏泄之密封缺陷。丟棄任何可疑小袋且用測試可接受之小袋加以替代。在一些情況下，標記層狀物中之缺陷以鑑別在測試期間是否會有新的額外缺陷產生。

【0045】 隨後將小袋置放於預設在 65°C 之對流烘箱中。在所述溫度下老化 30 天之後，移除小袋且將 (若存在) 穿隧、起泡、脫層及/或漏泄之程度與經標記之先前存在的缺陷進行比較。記錄觀測結果。隨後將小袋切開，清空且用肥皂及水沖洗。自小袋切割出一或多個 1" (2.54 cm) 條帶且根據先前

所述之標準黏結強度測試量測層狀物黏結強度。此儘快在移除小袋內含物之後完成。檢查小袋內部且記錄下任何其他可見缺陷。

#### 組合物製備

**【0046】** 用於製備實例之原料中之一部分在下文表 1 中藉由名稱及商業供應商鑑別。

表 1：原料

名稱	描述	商業供應商
ADCOTE™ L76-205	4.2% NCO 預聚物，其中 75% 固體含量於乙酸乙酯中	陶氏化學公司 (The Dow Chemical Company)
ADCOTE™ L86-116	基於鄰苯二甲酸酐之聚酯多元醇，其中 75% 固體含量於乙酸乙酯溶劑中	陶氏化學公司
ADCOTE™ L796	異氰酸酯預聚物，其中 85% 固體含量於乙酸乙酯溶劑中	陶氏化學公司
ADCOTE™ 88X102	聚酯多元醇，其中 80% 固體含量於乙酸乙酯溶劑中	陶氏化學公司
ISONATE™ 125m	二異氰酸 4,4'-亞甲基二苯酯	陶氏化學公司
VORAPEL™ T5001	聚氧化丁烯及聚氧化丙烯之共聚物，平均分子量為 600 g/mol	陶氏化學公司
VORAPEL™ D3201	聚氧化丁烯及聚氧化丙烯之共聚物，平均分子量為 2,000 g/mol	陶氏化學公司
VORANOL™ CP 450	丙三醇丙氧基化聚醚三醇，平均分子量為 450 g/mol	陶氏化學公司
92-LBT 膜	厚度為 24 mm 之聚對苯二甲酸伸乙酯膜	杜邦公司 (E. I. du Pont de Nemours and Company)
Prelam AL 膜	用 ADCOTE™ 550/COREACTANT F 層壓至厚度為 9 mm 之軟層壓級 AMCOR™ 鋁箔的厚度為 12 mm 的聚對苯二甲酸伸乙酯膜	AMPAC 公司
GF-19 膜	含有助滑添加劑之聚乙烯密封膜	Berry Plastics 公司
FT 600-92g	厚度為 23 mm 且在 PET 側上具有 0.02 mm 鋁層之金屬化聚(乙二醇-對苯二甲酸酯)膜	FILMtech Inc.
EMBLEM™ 1500	厚度為 20 mm 之聚醯胺膜	杜邦公司

【0047】 實例 IE1、IE2 及 CE1 藉由將異氰酸酯組分（例如，異氰酸酯預聚物）以及多元醇組分（例如，具有羥基之

化合物)一起合併於溶劑中來調配。此等實例根據表 2 中所列之配方製備。表 2 中之配方以公克為單位展示各組分。

表 2：IE1、IE2 及 CE1 組合物 (g)

原料	IE1	IE2	CE1
ADCOTE™ L76-205	100	100	100
VORAPEL™ T5001	10	10	-
VORANOL™ CP 450	-	-	7.5
乙酸乙酯	60	60	57.5
基板	Prelam AL/GF-19	92-LBT/GF-19	Prelam AL/GF-19

#### 說明性實例 1 (「IE1」)

【0048】 將 100 公克 ADCOTE™ L76-205、10 公克 VORAPEL™ T5001 及 60 公克乙酸乙酯混合以獲得 50%固體溶液。溶液隨後以 1.7 磅/令 (lb/ream) 之塗佈重量塗覆於預層壓鋁箔膜 (Prelam AL)，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™前導層壓機 (pilot laminator) 對其層壓低密度聚乙烯膜 (GF-19)。層狀結構之黏結強度緊接在層壓之後 (濕黏結) 及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔根據先前所描述之測試流程量測。14 天之後，使用層狀結構製備小袋。小袋填充有由 1 份油、1 份番茄醬及 1 份醋組成之混合物。小袋隨後在 100°C 之水中沸騰 30 分鐘 (蒸煮袋)，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄蒸煮袋處理之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於表 3 中。

#### 說明性實例 2 (「IE2」)

【0049】 將 100 公克 ADCOTE™ L76-205、10 公克 VORAPEL™ T5001 及 60 公克乙酸乙酯混合以獲得 50%固體溶液。溶液隨後以 1.7 磅/令之塗佈重量塗覆於聚對苯二甲酸

伸乙酯膜(92-LBT)，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™前導層壓機對其層壓低密度聚乙烯膜(GF-19)。層狀結構之黏結強度緊接在層壓之後(濕黏結)及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔根據先前所描述之測試流程量測。14 天之後，使用層狀結構製備小袋。小袋填充有由 1 份油、1 份番茄醬及 1 份醋組成之混合物。小袋隨後在 100°C 之水中沸騰 30 分鐘(蒸煮袋)，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄蒸煮袋處理之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於表 3 中。

#### 比較實例 1 (「CE1」)

**【0050】** 將 100 公克 ADCOTE™ L76-205、7.5 公克 VORANOL™ CP 450 及 57.5 公克乙酸乙酯混合以獲得 50%固體溶液。溶液隨後以 1.7 磅/令之塗佈重量塗覆於預層壓鋁箔膜(Prelam AL)，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™前導層壓機對其層壓低密度聚乙烯膜(GF-19)。層狀結構之黏結強度緊接在層壓之後(濕黏結)及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔根據先前所描述之測試流程量測。14 天之後，使用層狀結構製備小袋。小袋填充有由 1 份油、1 份番茄醬及 1 份醋組成之混合物。小袋隨後在 100°C 之水中沸騰 30 分鐘(蒸煮袋)，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄蒸煮袋處理之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於表 3 中。

表 3：IE1、IE2 及 CE1 之效能結果

	IE1		IE2		CE1	
	黏結強度 (公克/吋)	失效模式	黏結強度 (公克/吋)	失效模式	黏結強度 (公克/吋)	失效模式
濕黏結	84	AS	82	AS	325	AS
1 天黏結	1606	FT	1602	FT	1462	FS
7 天黏結	1548	FT	1895	FT	1659	FS
14 天黏結	1649	FT	1802	FT	1697	FS
蒸煮袋						
外觀	無穿隧		無穿隧		穿隧	
黏結	842	AS	296	AS	509	AS

【0051】 如表 3 中所指示，IE1、IE2 及 CE1 均呈現類似黏結強度。然而，各實例之失效模式不同。此外，含有包括至少一種氧化丁烯類多元醇之多元醇組分的 IE1 及 IE2 出人意料地在蒸煮袋測試之後呈現無穿隧。此與蒸煮袋測試之後在 CE1 中觀測到之穿隧相反，所述 CE1 不含有氧化丁烯類多元醇。

表 4：IE3、IE4 及 CE2 組合物

原料	IE3	IE4	CE2
ADCOTE™ L76-205	100		
ADCOTE™ 88X102		40	40
ADCOTE™ 88X116		60	60
ADCOTE™ 796			32
預聚物*		33	
VORAPEL™ T5001	10		
乙酸乙酯	60	23	27.8
基板	mPET/聚醯胺	Prelam AL/GF-19	92-LBT/GF-19

## 說明性實例 3 (「IE3」)

【0052】 將 100 公克 ADCOTE™ L76-205、10 公克 VORAPEL™ T5001 及 60 公克乙酸乙酯混合以獲得 50% 固體溶液。溶液隨後以 1.7 磅/令之塗佈重量塗覆於金屬化聚對苯二甲酸伸乙酯膜，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO

COMBI™前導層壓機對其層壓聚醯胺膜。將所得層狀物保持於 60°C 烘箱中一小時，隨後將其用作第一基板，且相同黏著劑使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™塗覆於層狀物之聚對苯二甲酸伸乙酯側，隨後用 4 mil 低密度聚乙烯膜層壓。聚乙烯與聚對苯二甲酸伸乙酯之間的黏結強度緊接在層壓之後及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔量測。14 天之後，使用層壓結構製備小袋，且用商購軟化劑加以填充。小袋隨後置放於預設在 65°C 之烘箱中 30 天，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄老化測試之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於表 5 中。

#### 說明性實例 4 (「IE4」)

**【0053】** 首先根據以下程序製備用於 IE 4 中之預聚物。使用由配備有機械攪拌器之 4 頸燒瓶及溫度控制器組成的實驗室玻璃反應器來製造預聚物預聚物係基於 VORAPEL™ D3201 及 VORAPEL™ T5001，均為氧化丁烯類多元醇。在氮氣吹掃下，首先將 1068.8 公克在 45°C 下預熔融之 ISONATE VORAPEL™ 125M 裝入燒瓶中。反應器溫度設定成 50°C。在攪拌下將 584.8 公克 VORAPEL™ T5001 裝入反應器中，隨後添加 146.2 公克 VORAPEL™ D3201。若反應器溫度超過 85°C 則藉由冰水浴施加冷卻。在 80°C 下反應 4 小時之後，獲得 NCO 含量為 12.15%之預聚物。

**【0054】** 隨後，首先將 33 公克藉由上文所述之方法生成的預聚物、40 公克 ADCOTE™ 88X102、60 公克 ADCOTE™ 86X116 及 23 公克乙酸乙酯混合以獲得 50%固體溶液。溶液

隨後以 1.7 磅/令之塗佈重量塗覆於金屬化聚對苯二甲酸伸乙酯膜，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™前導層壓機對其層壓聚醯胺膜。將所得層狀物保持於 60°C 烘箱中一小時，隨後將其用作第一基板。相同黏著劑使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™塗覆於層狀物之 PET 側，隨後對其層壓 4 mil 低密度聚乙烯膜。聚乙烯與聚對苯二甲酸伸乙酯之間的黏結強度緊接在層壓之後及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔量測。14 天之後，使用層壓結構製備小袋，且用商購軟化劑加以填充。小袋隨後置放於預設在 65°C 之烘箱中 30 天，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄老化測試之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於表 5 中。

#### 比較實例 2 (「CE2」)

**【0055】** 溶液隨後以 1.7 磅/令之塗佈重量塗覆於金屬化聚對苯二甲酸伸乙酯膜，且隨後使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™前導層壓機對其層壓聚醯胺膜。將所得層狀物保持於 60°C 烘箱中一小時，隨後將其用作第一基板。相同黏著劑使用 NORDMECCANICA™ LABO COMBI™塗覆於層狀物之 PET 側，隨後對其層壓 4 mil 低密度聚乙烯膜。聚乙烯與聚對苯二甲酸伸乙酯之間的黏結強度緊接在層壓之後及以層壓後 1 天、7 天及 14 天之時間間隔量測。14 天之後，使用層壓結構製備小袋，且用商購軟化劑加以填充。小袋隨後置放於預設在 65°C 之烘箱中 30 天，隨後將其切開，清洗乾淨，且檢驗失效模式。量測且記錄老化測試之後層狀物之黏結強度。關於層狀結構之黏結強度及失效模式之結果概述於

表 5 中。

表 5：IE3、IE4 及 CE2 之效能結果

	IE3		IE4		CE2	
	黏結強度 (公克/吋)	失效模式	黏結強度 (公克/吋)	失效模式	黏結強度 (公克/吋)	失效模式
濕黏結	172	AS	138	AS	216	AS
1 天黏結	1307	FS	2367	FT	1995	FT
7 天黏結	616	AS	3037	FT	3003	FT
14 天黏結	616	AS	3426	FT	3434	FT
軟化劑						
外觀	無穿隧		無穿隧		無穿隧	
黏結	800	AS	569	FT	448	AS

【0056】 如表 5 中所指示，IE3 呈現良好黏結強度且在軟化劑測試之後無穿隧。IE4 及 CE2 呈現類似的黏結強度資料及失效模式。IE4 在高溫軟化劑測試之後呈現無穿隧及與 CE2 相比之顯著較佳的黏結強度。根據此資料，出人意料地發現在雙組分溶劑類黏著劑組合物之異氰酸酯組分及多元醇組分中的一者或兩者中包含氧化丁烯類聚合物改良黏著劑的耐化學性及耐熱性以及水解穩定性。

【符號說明】

【0057】

無

## 申請專利範圍

1. 一種雙組分黏著劑組合物，其包括：  
異氰酸酯組分，其包括至少一種異氰酸酯；及  
多元醇組分，其包括至少一種氧化丁烯類多元醇。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述的組合物，其中所述至少一種異氰酸酯選自由以下組成之群：芳族聚異氰酸酯、脂族聚異氰酸酯、環脂族聚異氰酸酯、異氰酸酯預聚物及其兩者或多於兩者之組合。
3. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述至少一種異氰酸酯選自由以下組成之群：二異氰酸 1,3-伸苯酯及二異氰酸 1,4-伸苯酯、二異氰酸 1,5-伸萘酯、二異氰酸 2,6-甲苯酯、二異氰酸 2,4-甲苯酯 (2,4-TDI)、2,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯 (2,4'-MDI)、4,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯 (4,4'-MDI)、3,3'-二甲基-4,4'-聯苯二異氰酸酯 (TODI)、聚合異氰酸酯及其兩者或多於兩者之組合。
4. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述至少一種異氰酸酯選自由以下組成之群：環己烷二異氰酸酯、甲基環己烷二異氰酸酯、乙基環己烷二異氰酸酯、丙基環己烷二異氰酸酯、甲基二乙基環己烷二異氰酸酯、丙烷二異氰酸酯、丁烷二異氰酸酯、戊烷二異氰酸酯、己烷二異氰酸酯、庚烷二異氰酸酯、辛烷二異氰酸酯、壬烷二異氰酸酯、壬烷三異氰酸酯，諸如 4-異氰酸酯基甲基-1,8-辛烷二異氰酸酯 (TIN)、癸烷二異氰酸酯及癸烷三異氰酸酯、十一烷二異氰酸酯及十一烷三異氰酸酯及十二烷二異氰酸酯及十二烷三異氰酸酯、異佛酮二異氰酸酯 (IPDI)、

二異氰酸六亞甲酯 (HDI)、二異氰酸基二環己基甲烷 (H<sub>12</sub>MDI)、2-甲基戊烷二異氰酸酯 (MPDI)、二異氰酸 2,2,4-三甲基六亞甲酯/二異氰酸 2,4,4-三甲基六亞甲酯 (TMDI)、降冰片烷二異氰酸酯 (NBDI)、二異氰酸苯二甲酯 (XDI)、二異氰酸四甲基苯二甲酯及二聚體、三聚體及其兩者或多於兩者之組合。

5. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述至少一種異氰酸酯選自由以下組成之群：4-甲基-環己烷 1,3-二異氰酸酯、二異氰酸 2-丁基-2-乙基伸戊酯、異氰酸 3(4)-異氰酸基甲基-1-甲基環己酯、異氰酸 2-異氰酸基丙基環己酯、2,4'-亞甲基雙(環己基)二異氰酸酯、1,4-二異氰酸基-4-甲基-戊烷及其兩者或多於兩者之組合。
6. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述至少一種異氰酸酯包括預聚物，所述預聚物為聚異氰酸酯與異氰酸酯反應性組分之反應產物。
7. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述異氰酸酯反應性組分包括以下中之至少一者：羥基、胺基、硫基及其兩者或多於兩者之組合。
8. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述氧化丁烯類多元醇選自由以下組成之群：聚氧化丁烯均聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化丙烯共聚物多元醇、聚氧化丁烯-聚氧化乙烯共聚物多元醇及其兩者或多於兩者之組合。
9. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述氧化丁烯類多元醇包括 150 g/mol 至 12,000 g/mol 之分子量。
10. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其中所述氧

化丁烯類多元醇包括 1 至 6 之官能度。

11. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其進一步包括選自由以下組成之群的添加劑：增黏劑、塑化劑、流變改質劑、助黏劑、抗氧化劑、填充劑、著色劑、界面活性劑、催化劑、溶劑及其兩者或多於兩者之組合。
12. 如前述申請專利範圍中任一項所述的組合物，其進一步包括選自由以下組成之群的溶劑：甲基乙基酮、乙酸乙酯、甲苯及其兩者或多於兩者之組合。
13. 一種雙組分黏著劑組合物，其包括：  
異氰酸酯組分，所述異氰酸酯組分包括至少一種預聚物，所述預聚物為至少一種異氰酸酯與至少一種氧化丁烯類多元醇之反應產物；及  
多元醇組分，其包括至少一種多元醇。
14. 如申請專利範圍第 13 項所述的組合物，其中以所述異氰酸酯反應性組分之總重量計，所述異氰酸酯反應性組分包括 5 至 100 重量%之氧化丁烯類多元醇。
15. 一種用於形成層狀物之方法，其包括：  
藉由使包括以下之反應物接觸形成黏著劑組合物：  
異氰酸酯組分，其包括至少一種異氰酸酯；及  
多元醇組分，其包括至少一種丁烯類多元醇；  
將一層所述黏著劑組合物塗覆至膜表面；  
使所述層與另一膜之表面接觸以形成層狀物；及  
固化所述黏著劑組合物。
16. 一種層狀物，其由如申請專利範圍第 15 項所述的方法形成。