



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111196914 B

(45) 授权公告日 2022.02.18

(21) 申请号 201811380435.8	C08G 69/44 (2006.01)
(22) 申请日 2018.11.20	(56) 对比文件
(65) 同一申请的已公布的文献号	CN 101463244 A, 2009.06.24
申请公布号 CN 111196914 A	CN 107227140 A, 2017.10.03
(43) 申请公布日 2020.05.26	CN 107267109 A, 2017.10.20
(73) 专利权人 上海天洋热熔粘接材料股份有限公司	CN 102382614 A, 2012.03.21
地址 201802 上海市嘉定区南翔镇惠平路505号	CN 102807837 A, 2012.12.05
专利权人 南通天洋新材料有限公司	CN 106433549 A, 2017.02.22
昆山天洋热熔胶有限公司	CN 101935513 A, 2011.01.05
(72) 发明人 林一流 郑仁峰	CN 111334243 A, 2020.06.26
(51) Int. Cl.	CN 104130744 A, 2014.11.05
C09J 177/12 (2006.01)	CA 1103833 A, 1981.06.23
C09J 11/06 (2006.01)	审查员 薛亮忠

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种聚酯酰胺热熔胶及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种聚酯酰胺热熔胶及其制备方法,其原料由主料及辅料构成,主料由脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺及聚酯多元醇构成,辅料包括催化剂及抗氧剂。制备步骤包括:(1)将选用的主料和辅料,按预设比例,加入到反应釜中;(2)先用氮气置换2次,然后缓慢升温至120℃,开启搅拌后,继续升温至230℃,保持温度在230℃-240℃之间反应2h;(3)保持温度在230℃-240℃之间开始抽真空,直至反应釜内压力为50-100Pa,然后保持反应2h;(4)通氮气解除真空,保持体系温度在230℃-240℃之间,继续搅拌0.5h后,出料即得。

1. 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料由主料及辅料构成,其特征在于:所述主料由脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺及聚酯多元醇构成,所述辅料包括催化剂及抗氧化剂;所述主料中,脂肪族二羧酸:尼龙66盐:醇胺与聚酯多元醇之和的摩尔比为1:0.3-0.7:1-1.05,且醇胺:聚酯多元醇的摩尔比为1:0.005-0.01;所述催化剂的加入量为主料总质量的0.05%-0.1%;所述抗氧化剂的加入量为主料总质量的0.2%-0.5%;所述醇胺选自乙醇胺、正丙醇胺、异丙醇胺或正丁醇胺中的一种;所述聚酯多元醇选自聚己二酸己二醇、聚己二酸1,4-丁二醇、聚己二酸乙二醇或聚己二酸新戊二醇中的一种。

2. 如权利要求1所述的聚酯酰胺热熔胶,其特征在于:所述脂肪族二羧酸选自己二酸、癸二酸、十二烷二酸或十三烷二酸中的一种;所述催化剂为钛酸四丁酯;所述抗氧化剂的牌号选自1010、168或1096中的一种。

3. 如权利要求2所述的聚酯酰胺热熔胶,其特征在于:所述聚酯多元醇的数均分子量为3000。

4. 一种聚酯酰胺热熔胶的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将选用的脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺、聚酯多元醇,及催化剂和抗氧化剂,按预设比例,加入到接有回流装置的反应釜中;

(2) 先用氮气置换2次,然后缓慢升温至120℃,开启搅拌后,继续升温至230℃,保持温度在230℃-240℃之间反应2h;

(3) 保持温度在230℃-240℃之间开始抽真空,直至反应釜内压力为50-100Pa,然后保持反应2h;

(4) 通氮气解除真空,保持体系温度在230℃-240℃之间,继续搅拌0.5h后,出料即得;所述步骤(1)中,脂肪族二羧酸:尼龙66盐:醇胺与聚酯多元醇之和的摩尔比为1:0.3-0.7:1-1.05,且醇胺:聚酯多元醇的摩尔比为1:0.005-0.01;所述催化剂的加入量为前述脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺与聚酯多元醇四种物料质量之和的0.05%-0.1%;所述抗氧化剂的加入量为前述脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺与聚酯多元醇四种物料质量之和的0.2%-0.5%;所述醇胺选自乙醇胺、正丙醇胺、异丙醇胺或正丁醇胺中的一种;所述聚酯多元醇选自聚己二酸己二醇、聚己二酸1,4-丁二醇、聚己二酸乙二醇或聚己二酸新戊二醇中的一种。

5. 如权利要求4所述的聚酯酰胺热熔胶的制备方法,其特征在于:所述脂肪族二羧酸选自己二酸、癸二酸、十二烷二酸或十三烷二酸中的一种;所述催化剂为钛酸四丁酯;所述抗氧化剂的牌号选自1010、168或1096中的一种。

6. 如权利要求5所述的聚酯酰胺热熔胶的制备方法,其特征在于:所述聚酯多元醇的数均分子量为3000。

一种聚酯酰胺热熔胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种聚酯酰胺热熔胶及其制备方法,特别是涉及一种耐低温的聚酯酰胺热熔胶及其制备方法,属于胶粘剂领域。

背景技术

[0002] 溶剂型胶粘剂是目前最常见的一种胶粘剂,由于溶剂的挥发性,溶剂型胶粘剂在生产及使用环节中,容易对环境产生不良影响。同时,环境问题随着我国现代化进程的不断加快,已经成为制造业特别是化工行业摆在第一位的问题。在不同种类的粘接解决方案中,热熔胶相较于溶剂型胶粘剂有着独特的优势,使其成为溶剂型胶粘剂的一种环保替代方案,生产与应用范围也越来越广泛。

[0003] 在常规的热熔胶粘剂中,聚酰胺热熔胶和聚酯热熔胶是非常重要的两类热熔粘接材料,且通常聚酰胺热熔胶的粘接效果优于聚酯热熔胶。但目前市场上常规的共聚酰胺热熔胶,其玻璃化转变温度较高($T_g > 5^\circ\text{C}$);而常规的共聚酯热熔胶也普遍存在着低温柔韧性差的问题,尤其是高熔点的聚酯热熔胶,其硬度高,玻璃化转变温度 T_g 一般 $> -5^\circ\text{C}$ 。当两类热熔胶在温度较低的情境下使用,容易发生脆性断裂导致剥离强度大幅下降。

[0004] 因此,如何提供一种兼顾聚酰胺热熔胶的优异性能并有着良好的耐低温特性的热熔胶,提高相关产品在高纬度寒冷地区的适用性,成为待解决的问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于,解决上述技术问题,提供一种聚酯酰胺热熔胶及其制备方法,使得通过本发明制备的聚酯酰胺热熔胶,既具备常规聚酰胺热熔胶的优异性能,还具有较好的耐低温性能,满足特定条件应用需求。

[0006] 本发明所采用的技术方案为:一种聚酯酰胺热熔胶,其原料由主料及辅料构成,主料由脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺及聚酯多元醇构成,辅料包括催化剂及抗氧化剂。

[0007] 上述主料中,脂肪族二羧酸选自己二酸、癸二酸、十二烷二酸或十三烷二酸中的一种;上述醇胺选自乙醇胺、正丙醇胺、异丙醇胺或正丁醇胺中的一种;上述聚酯多元醇的数均分子量为3000,选自聚己二酸己二醇、聚己二酸1,4-丁二醇、聚己二酸乙二醇或聚己二酸新戊二醇中的一种。

[0008] 其中,主料中各物料的配比为:

[0009] 脂肪族二羧酸:尼龙66盐:醇胺与聚酯多元醇之和的摩尔比为1:0.3-0.7:1-1.05,且醇胺:聚酯多元醇的摩尔比为1:0.005-0.01。

[0010] 上述辅料中,催化剂为钛酸四丁酯,其加入量为主料总质量的0.05%-0.1%;抗氧化剂的牌号选自1010、168或1096中的一种,其加入量为主料总质量的0.2%-0.5%。

[0011] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法,包括如下步骤:

[0012] (1)将选用的脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺、聚酯多元醇,及催化剂和抗氧化剂,按预设比例,加入到接有回流装置的反应釜中;

[0013] (2)先用氮气置换2次,然后缓慢升温至120℃,开启搅拌后,继续升温至230℃,保持温度在230℃-240℃之间反应2h;

[0014] (3)保持温度在230℃-240℃之间开始抽真空,直至反应釜内压力为50-100Pa,然后保持反应2h;

[0015] (4)通氮气解除真空,保持体系温度在230℃-240℃之间,继续搅拌0.5h后,出料即得。

[0016] 本发明的创新之处在于:设计了独特的原料及配比,并采用直接投入原料进行反应的步骤制得。在本发明体系中,尼龙66盐加入量过多会影响产物熔点,过少则会影响产物的粘接效果;醇胺加入量过多会影响产物的玻璃化转变温度和脆化温度,过少则会影响产物的熔点;聚酯多元醇加入量过多会影响产物的熔点及熔指,过少则会影响产物的玻璃化转变温度和脆化温度。本发明的有益效果在于,通过本发明制备所得的聚酯酰胺热熔胶,与同级别粘接效果的市售常规聚酰胺热熔胶相较,熔指无甚差别,但具有更低的熔点和大幅下降的玻璃化温度及脆化温度,同样便于施胶操作,且增加了其在高纬度和高海拔寒冷地区的适应性。

具体实施方式

[0017] 下面通过实施例对本发明做进一步表述,但并不以此为限。

[0018] 实施例1:

[0019] 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料构成包括:己二酸87.6g、尼龙66盐110.04g、乙醇胺36.23g、数均分子量3000的聚己二酸己二醇21g、催化剂0.18g,和牌号1010的抗氧剂0.51g。

[0020] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法,步骤如下:

[0021] (1)将上述脂肪族二羧酸、尼龙66盐、醇胺、聚酯多元醇,及催化剂和抗氧剂,按预设比例,加入到接有回流装置的反应釜中;

[0022] (2)先用氮气置换2次,然后缓慢升温至120℃,开启搅拌后,继续升温至230℃,保持温度在230℃-240℃之间反应2h;

[0023] (3)保持温度在230℃-240℃之间开始抽真空,直至反应釜内压力为50-100Pa,然后保持反应2h;

[0024] (4)通氮气解除真空,保持体系温度在230℃-240℃之间,继续搅拌0.5h后,出料即得。

[0025] 通过实施例1制备所得产物样品标记为A1。

[0026] 实施例2:

[0027] 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料构成包括:癸二酸141.4g、尼龙66盐55.02g、正丙醇胺54.86g、数均分子量3000的聚己二酸1,4丁二醇12.25g、催化剂0.26g,和牌号168的抗氧剂1.32g。

[0028] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法同实施例1。

[0029] 通过实施例2制备所得产物样品标记为A2。

[0030] 实施例3:

[0031] 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料构成包括:十二烷二酸115g、尼龙66盐91.7g、异丙醇胺37.13g、数均分子量3000的聚己二酸乙二醇17.5g、催化剂0.13g,和牌号1096的抗氧剂

0.52g。

[0032] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法同实施例1。

[0033] 通过实施例3制备所得产物样品标记为A3。

[0034] 实施例4:

[0035] 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料构成包括:十三烷二酸146.4g、尼龙66盐47.16g、正丁醇胺55.8g、数均分子量3000的聚己二酸新戊二醇10.5g、催化剂0.26g,和牌号1010的抗氧剂1.3g。

[0036] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法同实施例4。

[0037] 通过实施例4制备所得产物样品标记为A4。

[0038] 实施例5:

[0039] 一种聚酯酰胺热熔胶,其原料构成包括:十三烷二酸129.32g、尼龙66盐69.43g、正丁醇胺48.21g、数均分子量3000的聚己二酸己二醇14.g28、催化剂0.2g,和牌号168的抗氧剂0.91g。

[0040] 上述聚酯酰胺热熔胶的制备方法同实施例5。

[0041] 通过实施例5制备所得产物样品标记为A5。

[0042] 性能测试:

[0043] 将上述各实施例所得样品A1-A5及市售同级别粘接效果的聚酯酰胺热熔胶进行性能测试比对。其中,剥离强度测试参考标准GB/T 11402;熔点测试参考标准GB/T 19466;熔指测试参考标准GB/T 3682;玻璃化准变温度测试参考GB/T 19466.2;脆化温度测试参考GB/T 5470。

[0044] 相关性能测试结果如下表1所示。

[0045]

样品	T型剥离强度(N/5cm)	熔点(℃)	熔指(g/10min)	玻璃化转变温度(℃)	脆化温度(℃)
A1	24.5	127	33	-16	-65
A2	24.2	131	35	-13	-60
A3	24.8	125	36	-120	-70
A4	25.1	130	33	-12	-60
A5	24.7	128	33	-18	-65
市售常规	22	150	36	28	-20

[0046] 表1:各样品及市售常规性能测试比对表

[0047] 从上表1中,可明显看出,通过发明制备所得的聚酯酰胺热熔胶,与市售常规同级别粘接效果的市售常规聚酰胺热熔胶相较,熔指无甚差别,但具有更低的熔点和大幅下降的玻璃化温度及脆化温度,同样便于施胶操作,且增加了其在高纬度和高海拔寒冷地区的适应性。