(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105073817 A
(43)申请公布日 2015.11.18

(21)申请号 201480012669.0
(22)申请日 2014.03.05
(30)优先权数据
61/774,850 2013.03.08 US
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2015.09.07
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2014/020540 2014.03.05
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2014/138160 EN 2014.09.12
(71)申请人 3M创新有限公司
地址 美国明尼苏达州
(72)发明人 史蒂文·L·法尔泰塞克
(74)专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司 11021
代理人 牛海军
(51)Int.Cl.
C08G 18/69(2006.01)
C08G 18/79(2006.01)
C08G 18/28(2006.01)
C09J 175/14(2006.01)
C08K 3/32(2006.01)
C08K 5/523(2006.01)
C08K 7/02(2006.01)
C08K 7/28(2006.01)
C08K 9/06(2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54)发明名称

凝胶密封防腐蚀条带

(57)摘要

本发明提供了一种组合物，所述组合物包含可变形的发粘聚氨酯聚合物以及一种或多种不含铬酸盐的抗蚀剂，所述可变形的发粘聚氨酯聚合物为多异氰酸酯、多元醇和单羟基增粘剂的反应产物。此外，本发明还提供了组合物，所述组合物包含：可变形的发粘聚氨酯聚合物，所述可变形的发粘聚氨酯聚合物为多异氰酸酯、多元醇和单羟基增粘剂的反应产物；以下物质中的一种或多种：表面改性的二氧化硅纳米颗粒、玻璃泡和纤维填料颗粒；以及一种或多种不含铬酸盐的抗蚀剂。此外，本发明还提供了一种柔性衬垫条带，所述柔性衬垫条带包含根据本公开所述的组合物。

CN 105073817 A

1. 一种组合物，其包含：

可变形的发粘聚氨酯聚合物，所述可变形的发粘聚氨酯聚合物为多异氰酸酯、多元醇和单羟基增粘剂的反应产物；以及

不含铬酸盐的抗蚀剂。

2. 根据权利要求 1 所述的组合物，其中所述不含铬酸盐的抗蚀剂为有机锌 / 磷酸盐 / 硅酸盐。

3. 根据权利要求 1 所述的组合物，其中所述不含铬酸盐的抗蚀剂为锶铝多磷酸盐。

4. 根据权利要求 1 所述的组合物，其中所述不含铬酸盐的抗蚀剂为锌铝多磷酸盐。

5. 一种组合物，其包含：

可变形的发粘聚氨酯聚合物，所述可变形的发粘聚氨酯聚合物为多异氰酸酯、多元醇和单羟基增粘剂的反应产物；以及

两种或更多种不含铬酸盐的抗蚀剂，所述不含铬酸盐的抗蚀剂选自：

有机锌 / 磷酸盐 / 硅酸盐；

锶铝多磷酸盐；

锌铝多磷酸盐。

6. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为可源自树脂的化合物。

7. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为可源自松香的化合物。

8. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为可源自树脂酸的化合物。

9. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为多环化合物。

10. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为三环化合物。

11. 根据权利要求 1-10 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂的分子量大于 200。

12. 根据权利要求 1-10 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂的分子量大于 250。

13. 根据权利要求 1-5 中任一项所述的组合物，其中所述单羟基增粘剂为氢化松香醇。

14. 根据权利要求 1-13 中任一项所述的组合物，其中所述多异氰酸酯为官能度大于 2 的多官能多异氰酸酯。

15. 根据权利要求 1-14 中任一项所述的组合物，其中所述多元醇的分子量大于 500。

16. 根据权利要求 1-14 中任一项所述的组合物，其中所述多元醇的分子量大于 700。

17. 根据权利要求 1-16 中任一项所述的组合物，其中所述多元醇为羟基封端的聚丁二烯。

18. 根据权利要求 1-17 中任一项所述的组合物，其中所述可变形的发粘聚氨酯聚合物还包含表面改性的二氧化硅纳米颗粒。

19. 根据权利要求 1-18 中任一项所述的组合物，其中所述可变形的发粘聚氨酯聚合物还包含玻璃泡。

20. 根据权利要求 1-19 中任一项所述的组合物，其中所述可变形的发粘聚氨酯聚合物

还包含纤维填料颗粒。

21. 根据权利要求 1-17 中任一项所述的组合物，其中所述可变形的发粘聚氨酯聚合物还包含表面改性的二氧化硅纳米颗粒、玻璃泡和纤维填料颗粒。

22. 一种柔性衬垫条带，所述柔性衬垫条带包含根据权利要求 1-21 中任一项所述的组合物，所述柔性衬垫条带的厚度大于 0.5mm 且小于 5mm。

凝胶密封防腐蚀条带

[0001] 相关专利申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2013年3月8日提交的美国临时申请序列号61/774850的优先权，该临时专利申请的公开内容全文以引用方式并入本文。

技术领域

[0003] 本公开涉及可用作不含铬酸盐的柔性阻蚀衬垫材料的组合物。

背景技术

[0004] 已知柔性衬垫材料可应用于飞行器上，以便密封地板、检查口、外板、配件、固定装置诸如天线、以及其它开口和接缝以及它们的相关结构之间的空隙。例如，在飞行器上的所谓“潮湿区域”中，诸如厨房和卫生间，衬垫材料的存在可防止流体到达重要区域并导致腐蚀、电气短路或系统故障。此外，飞行器上所用的铝合金通过添加诸如铜、硅、铬、锰、锌和镁等此类其它元素达到其高的强度重量比。遗憾的是，这些元素使高强度铝合金比纯铝更容易发生腐蚀。为了保护高强度铝合金，通常应用抗蚀性化合物，通常为溶于水或溶剂型载体中的六价铬化合物。然而，铬的毒性和致癌性已经引起联邦机构（诸如职业安全与健康管理局(OSHA)和环境安全与职业健康委员会(ESOH)）对铬的使用实施了严格的限制。因此，修订的联邦法规要求防腐系统应当能够满足新的监管标准，同时仍能提供与六价铬基材料相媲美的防腐性能。

[0005] 与本公开共同转让的WO 2012/092119(Johnson等人）公开了一种包含可变形的发粘聚氨酯聚合物的柔性防腐衬垫材料。

[0006] US 7,662,312(Sinko等人）旨在公开一种不含铬酸盐的抗蚀剂组合物。

[0007] US 7,972,533(Jaworowski等人）旨在公开一种不含铬酸盐的缓释性水性底漆。

发明内容

[0008] 简而言之，本发明提供了一种可变形的发粘衬垫材料，其包含不含铬酸盐的抗蚀剂(NCCI)。

[0009] 在一个方面，本发明提供了一种可变形的发粘衬垫材料，其包含颜料级不含铬酸盐的抗蚀剂。在另一方面，本发明提供了一种不含铬酸盐的可变形发粘衬垫材料，其包含颜料级有机锌/磷酸盐/硅酸盐、颜料级锶铝多磷酸盐和颜料级锌铝多磷酸盐中的一种或多种。

[0010] 在另一方面，本发明提供了一种可变形的发粘衬垫材料，其包含不含铬酸盐的抗蚀剂，其中衬垫材料为多异氰酸酯、多元醇和单羟基增粘剂的反应产物。在一些实施例中，单羟基增粘剂为可源自树脂的化合物。在一些实施例中，单羟基增粘剂为可源自松香的化合物。在一些实施例中，单羟基增粘剂为可源自树脂酸的化合物。在一些实施例中，单羟基增粘剂为多环化合物。在一些实施例中，单羟基增粘剂为三环化合物。在一些实施例中，单羟基增粘剂的分子量大于200。在一些实施例中，单羟基增粘剂的分子量大于250。在一些

实施例中，单羟基增粘剂为氢化松香醇。在一些实施例中，多异氰酸酯为官能度大于 2 的多官能多异氰酸酯。在一些实施例中，多元醇的分子量大于 500。在一些实施例中，多元醇的分子量大于 700。在一些实施例中，多元醇为羟基封端的聚丁二烯。

[0011] 在另一方面，本发明提供了组合物，其包含根据本发明的聚合物和不含铬酸盐的抗蚀剂、以及下列物质中的一种或多种：表面改性的二氧化硅纳米颗粒、玻璃泡和纤维填料颗粒。

具体实施方式

[0012] 本公开提供了一种不含铬酸盐的低密度、阻燃、可流动的聚氨酯凝胶条带，其能够密封飞行器结构以防各种流体进入，并预防飞行器在各种环境下发生腐蚀。本公开还提供了一种基于相同化学性质的双组分反应性凝胶组合物。

[0013] 本文的凝胶状条带可表现出如下特性：发粘，可压缩可流动，耐腐蚀，阻燃，比重低（以减轻重量），粘附力随时间推移不表现出可测量的增加，具有足够高的内聚强度以在拆除时可轻松、彻底地从固体基底上移除。

[0014] 在一些实施例中，不含铬酸盐的抗蚀剂可以为固体，更优选为粉末。在一些实施例中，不含铬酸盐的抗蚀剂可被选择用于为凝胶状条带赋予特定的颜色。

[0015] 在一些实施例中，根据本公开的可变形聚氨酯组合物由一种反应混合物制备，该反应混合物包含：多官能异氰酸酯、高分子量羟基封端的聚丁二烯、单羟基官能化增粘剂和聚氨酯催化剂。在一些实施例中，该反应混合物附加包含低分子量醇。在一些实施例中，该反应混合物附加包含下列物质中的一种或多种：无机纤维填料和短切无机或有机无规纤维。在一些实施例中，该反应混合物附加包含下列物质中的一种或多种：玻璃泡和表面改性的纳米颗粒。在一些实施例中，该反应混合物附加包含增塑剂。在一些实施例中，该反应混合物附加包含抗氧化剂。

[0016] 在一个实施例中，根据本公开的不含铬酸盐的抗蚀性可变形聚氨酯组合物包含：一种或多种颜料级不含铬酸盐的抗蚀剂，诸如有机锌 / 磷酸盐 / 硅酸盐（诸如得自美国威斯康星州密尔沃基的 WPC Technologies 公司 (WPC Technologies, Inc., Milwaukee, Wisconsin) 的 HYBRICOR 204)、锶铝多磷酸盐（诸如得自德国朗格尔斯海姆的凯佰公司 (Heubach GmbH,Langelsheim,Germany) 的 HEUCOPHOS SAPP) 和锌铝多磷酸盐（诸如得自德国朗格尔斯海姆的凯佰公司 (Heubach GmbH,Langelsheim,Germany) 的 HEUCOPHOS ZAPP)；多官能异氰酸酯，诸如得自拜耳公司 (Bayer Corp.) 的 DESMODUR N3300；高分子量羟基封端的聚丁二烯，诸如得自沙多玛公司 (Sartomer Corp.) 的 POLY BD R45HTLO；单羟基官能化增粘剂，诸如得自伊士曼化学公司 (Eastman Chemical Company) 的 ABITOL E；低分子量醇，诸如得自阿法埃莎公司 (Alpha Aesar Company) 的 2- 乙基 -1- 己醇；得自空气产品公司 (Air Products, Inc.) 的二月桂酸二丁基锡聚氨酯催化剂 DABCO T-12；磷酸盐增塑剂，诸如得自旭瑞达公司 (Supresta Company) 的 PHOSFLEX31L；得自 3M 公司 (3M Company) 的玻璃泡；同样得自 3M 公司 (3M Company) 的 5 纳米表面改性的纳米颗粒；得自汽巴公司 (Ciba Corporation) 的 IRGANOX 1010 抗氧化剂；以及短切无机或有机无规纤维，诸如得自百莱特公司 (William Barnett and Son, LLC) 的 1/8 英寸 (3mm) 短切聚酯纤维。

[0017] 可使用任何合适的多官能异氰酸酯。例子包括得自拜耳公司 (Bayer Corp.) 的

DESMODUR N3300。多官能异氰酸酯用于制备最终交联的热固性聚氨酯组合物。多官能是指每个异氰酸酯分子平均具有两个以上的异氰酸酯基团。一些实施例利用二异氰酸酯，其官能度为二，当与官能度同样为二的二醇反应时将形成线型聚氨酯。在一些实施例中，异氰酸酯和多元醇组分之间的平均官能度大于 2.0，从而生成交联的热固性聚氨酯。

[0018] 可使用任何合适的多元醇。例子包括得自沙多玛公司 (Sartomer Corp.) 的 POLY BD R45HTLO。在一些实施例中，聚氨酯组合物的多元醇组分依赖于羟基封端的聚丁二烯，其为最终组合物提供非常低的玻璃化转变温度并确保该组合物的粘合特性在宽的温度范围内相对均一。

[0019] 可使用任何合适的增粘剂。通常，增粘剂组分被专门设计用于反应形成聚氨酯组合物，并且同时使体系总官能度减小。单官能有助于调节组合物的聚合程度并允许组合物特性达到整体平衡。还可利用其它非反应性增粘剂以达到粘附性能的平衡。

[0020] 在一些实施例中，还掺入了低分子量一元醇。其可以与反应性增粘剂以相似的方式发挥作用，但避免直接影响组合物的粘合特性。

[0021] 在一些实施例中，将增塑剂掺入到组合物中以达到密封剂的粘附性与机械特性的平衡，并且还为组合物赋予阻燃特性。

[0022] 在一些实施例中，将短切有机和无机纤维掺入到组合物中以提高组合物的内聚强度，使得在密封条带使用寿命终止时可以轻松将其移除。这些纤维为组合物提供少量的增强。这些纤维可以与短切无机或有机纤维结合使用，从而为组合物提供较大量的增强。各种增强相结合能够使聚氨酯组合物达到内聚平衡。

[0023] 在一些实施例中，掺入玻璃泡以减小密封剂的比重，从而减轻重量，这在航空工业中尤其有利。

[0024] 在一些实施例中，出于发泡的目的，将表面改性的纳米颗粒掺入到组合物中作为气体稳定剂。发泡进一步减轻了重量，同时使得在压缩聚氨酯凝胶条带时聚合物能产生更强的流变响应。

[0025] 在一些实施例中，将抗氧化剂掺入到组合物中以提供氧化稳定性。在一些实施例中，掺入 IRGANOX 1010 抗氧化剂。

[0026] 可通过任何合适的方法制备聚氨酯凝胶条带。在一个实施例中，通过将异氰酸酯和多元醇混合并在顶部处理衬件和底部处理衬件之间直接浇注所述组合物的工艺制备聚氨酯凝胶条带。在一些实施例中，移除衬件。在一些实施例中，移除一个衬件并保留另一个衬件作为产品构造的一部分。在一些实施例中，两个衬件均保留以作为产品构造的一部分。

[0027] 在一些实施例中，可变形的聚氨酯组合物为片材，在一些实施例中，其厚度小于 10mm，更通常地小于 5mm，并且更通常地小于 1mm。这种片材的厚度通常为至少 10 微米，更通常地为至少 20 微米，并且更通常地为至少 30 微米。在一些实施例中，可变形聚氨酯片材形成多层结构中的一层，在一些实施例中，该多层结构中的其它层为含氟聚合物片材。在一些实施例中，可变形聚氨酯片材形成两层结构中的一层，该两层结构中的另一层为含氟聚合物片材。在一些实施例中，可变形聚氨酯片材形成多层结构中的一层，在一些实施例中，该多层结构中的其它层为聚（乙烯 - 共 - 甲基丙烯酸）离聚物膜片材。在一些实施例中，可变形聚氨酯片材形成两层结构中的一层，该两层结构中的另一层为聚（乙烯 - 共 - 甲基丙烯酸）离聚物膜片材。

[0028] 本公开的目的和优点将通过下面的实例进一步说明，但是这些实例中所提到的具体材料及其量，以及其它条件和细节，均不应视为对本公开的不当限制。

[0029] 实例

[0030] 除非另有说明，否则所有试剂均购自或得自美国威斯康星州密尔沃基的奥德里奇化学公司 (Aldrich Chemical Co.，Milwaukee，Wisconsin)，或者可通过已知的方法合成。

[0031] 下列缩写用于描述实例：

[0032] ℃： 摄氏度

[0033] ° F： 华氏度

[0034] cm： 厘米

[0035] g/cm.w 克 / 厘米宽度

[0036] kg： 千克

[0037] lb： 磅

[0038] mil： 10^{-3}英寸

[0039] mm： 毫米

[0040] μm： 微米

[0041] oz/in.w 盎司 / 英寸宽度

[0042] rpm： 每分钟转数

[0043] 所用材料：

[0044] ABITOL-E：单羟基官能化氢化松香醇增粘剂，以商品名“ABITOL E”购自美国田纳西州金斯波特的伊士曼化学公司 (Eastman Chemical Company，Kingsport，Tennessee)。

[0045] CPF：0.118 英寸 (3.0mm)、1.5 旦尼尔短切非卷曲聚酯纤维，购自美国南卡罗来纳州阿卡迪亚的百莱特公司 (William Barnet and Son，LLC，Arcadia，South Carolina)。

[0046] DESMODUR：多官能异氰酸酯，以商品名“DESMODUR N3300A”购自美国宾夕法尼亚州匹兹堡的拜耳材料科学公司 (Bayer MaterialScience，LLC，Pittsburgh，Pennsylvania)。

[0047] DBTDL：二月桂酸二丁基锡，以商品名“DABCO T-12”购自美国宾夕法尼亚州阿伦敦的空气化工产品公司 (Air Products&Chemicals，Inc.，Allentown，Pennsylvania)。

[0048] IOTMS：异辛基三甲氧基硅烷，购自美国宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特公司 (Gelest，Inc.，Morrisville，Pennsylvania)。

[0049] IRGANOX：四 (3-(3，5- 二叔丁基 -4- 羟基苯基) 丙酸) 季戊四醇酯，以商品名“IRGANOX 1010”购自美国新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司 (BASF Corporation，Florham Park，New Jersey)。

[0050] K1-GB：玻璃泡，以商品名“K1GLASS BUBBLES”购自美国明尼苏达州圣保罗的 3M 公司 (3M Company，St.Paul，Minnesota)。

[0051] MTMS：甲基三甲氧基硅烷，购自盖勒斯特公司 (Gelest，Inc.)。

[0052] N2326：16.06 固体％的含水 5nm 胶态二氧化硅分散体，以商品名“N2326”购自美国伊利诺伊州内珀维尔的纳尔科公司 (Nalco，Naperville，Illinois)。

[0053] NCCI-1：颜料级有机锌 / 磷酸盐 / 硅酸盐抗蚀剂，以商品名“HYBRICOR 204”购自美国威斯康星州密尔沃基的WPC Technologies公司(WPC Technologies，Inc.，Milwaukee，Wisconsin)。

[0054] NCCI-2：颜料级锶铝多磷酸盐抗蚀剂，以商品名“HEUCOPHOS SAPP”购自德国朗格尔斯海姆的凯佰公司 (Heubach GmbH，Langelsheim，Germany)。

[0055] NCCI-3：颜料级锌铝多磷酸盐抗蚀剂，以商品名“HEUCOPHOS ZAPP”购自凯佰公司 (Heubach GmbH)。

[0056] OOD：1- 十八醇。

[0057] PHOSFLEX：取代的三芳基磷酸酯增塑剂，以商品名“PHOSFLEX31L”购自以色列特拉维夫的 ICL Industrial Products 公司 (ICL Industrial Products，Tel Aviv，Israel)。

[0058] POLY-BD：羟基封端的聚丁二烯树脂，以商品名“POLY BD R-45HTLO”购自美国宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司 (Sartomer Company，Inc.，Exton，Pennsylvania)。

[0059] POLYESTER 74A：经硅氧烷处理的 2mil(50.8μm) 聚酯膜，以商品名“SILPHAN S50M&$A”购自美国伊利诺伊州芝加哥的 Siliconature 美国公司 (Siliconature USA，LLC，Chicago，Illinois)。

[0060] SMSN：由 85 ： 15 重量比的异辛基三甲氧基硅烷：甲基甲氧基硅烷改性的 5nm 二氧化硅纳米颗粒，其合成方法如下。将 100 克 Nalco 2326 胶态二氧化硅、7.54 克的 IOTMS、0.81 克的 MTMS 和 112.5 克的重量比为 80 ： 20 的乙醇：甲醇共混物添加到配备有搅拌组件、温度计和冷凝器的 500mL 三颈圆底烧瓶中。将烧瓶置于设定为 80℃的油浴中并搅拌 4 小时，然后将混合物转移至结晶皿中并在设定为 150℃的对流烘箱中干燥 2 小时。

[0061] SMSN-PFX：在 PHOSFLEX 中的 10 重量％的 SMSN 分散体。

[0062] TEH：2- 乙基 -1- 己醇，购自美国马萨诸塞州沃德希尔的阿法埃莎公司 (Alfa Aesar Company，Ward Hill，Massachusetts)。

[0063] 比较例 A

[0064] 除非另外指明，否则在添加之前将下列组分预热至 158° F(70℃)：将 2.07 克 TEH 添加到购自美国南卡罗来纳州兰德拉姆的 Flacktek 公司 (Flacktek，Inc.，Landrum，South Carolina) 的“MAX 100”型混合杯中。在购自美国加利福尼亚州圣克拉拉的大和科学 (美国) 公司 (Yamato Scientific America，Inc.，Santa Clara，California) 的“ADP21”型烘箱中于 140° F(60℃) 下将 20.31 克 POLY-BD 真空脱气 180 分钟，再将其添加到混合杯中，然后

[0065] 7 添加 4.75 克 SMSN-PHX、18.00 克 PHOSFLEX 和 11.52 克 ABITOL-E。将混合杯置于购自德国图特林根的宾德公司 (Binder GmbH，Tuttlingen，Germany) 的“RE-53”型烘箱中 30 分钟，烘箱温度设定为 158° F(70℃)。从烘箱中取出混合杯，并用购自美国密歇根州本顿港的嘉仕达制造公司 (Gast Manufacturing，Inc.，Benton Harbor，Michigan) 的“1AM-NCC-12”型气动混合器对混合物缓慢搅拌 2 分钟，直至其混合均匀。然后，将 51.50 克该预混的混合物转移至另一个 MAX 100 混合杯中，向其中加入 1.28 克 IRGANOX、2.00 克 K1-GB 和 3.50 克 CPF，接着将该混合物放回 158° F(70℃) 下的烘箱中持续另外的 30 分钟。从烘箱中取出混合杯后，将其置于购自 Flactek 公司 (Flactek) 的 DAC 150FV-FVZ 型混合器中，在 3,540rpm 下将该混合物共混一分钟，直至其均匀。接下来，将混合杯放回烘箱中持续另外的 30 分钟，然后将其取出，并向组合物中添加 10.30 克 DESMODUR，然后向其中逐滴添加 0.09 克 DBTDL。将混合杯放回混合器并在 3,540rpm 下共混一分钟，直至其均匀。

[0066] 利用实验室用辊式涂布机，以 35mil(0.89mm) 的标称间隙，在涂覆有

2mil(50.4μm)硅氧烷的两个聚酯隔离衬件之间涂覆组合物。在158° F(70.0℃)下将涂层固化1.5小时,得到膜厚度为大约45mil(1.14mm)的凝胶条带。

[0067] 实例1

[0068] 重复如比较例A中所述的一般工序,其中组合物按以下方式进行改动:将0.23克OOD添加到"MAX 100"混合杯中。在140° F(60℃)的ADP21烘箱中对20.31克POLY-BD真空脱气180分钟后将其添加到混合杯中,然后添加22.29克PHOSFLEX。接着将2.07克TEH逐滴缓慢添加到混合物中,然后添加13.93克ABITOL-E和3.0克NCCI-1,随后将混合杯置于设定为158° F(70℃)的RE-53烘箱中大约30分钟,直至组合物已熔融。将混合杯置于设定为200° F(93.3℃)的热板上,并用气动混合器对混合物搅拌4分钟直至其混合均匀。然后,将56.48克该预混的混合物转移至另一个MAX 100混合杯中,然后添加1.28克IRGANOX、2.00克K1-GB和3.50克CPF,接着将该混合物放回设定为158° F(70℃)的烘箱中持续30分钟。从烘箱中取出混合物后,在Flactek混合器中于3,540rpm下对混合物共混一分钟,直至其均匀,然后将其放回158° F(70℃)的烘箱中持续另外的30分钟。将混合杯从烘箱中取出,并向组合物中添加11.05克DESMODUR,然后逐滴添加0.09克DBTDL。将混合杯放回混合器并在3,540rpm下共混一分钟,直至其均匀。然后,根据比较例A所述的方法制备凝胶条带。

[0069] 实例2

[0070] 重复如实例1中所述的一般工序,其中组合物按以下方式进行改动:将0.23克OOD添加到"MAX 100"混合杯中。在140° F(60℃)的ADP21烘箱中对20.31克POLY-BD真空脱气180分钟后将其添加到混合杯中,然后添加18.00克PHOSFLEX和4.75克SMSN-PHX。接着将2.07克TEH逐滴缓慢添加到混合物中,然后添加12.67克ABITOL-E和3.0克NCCI-1,随后将混合杯置于设定为158° F(70℃)的RE-53烘箱中大约30分钟,直至组合物已熔融。将混合杯置于设定为200° F(93.3℃)的热板上,并用气动混合器对混合物搅拌4分钟直至其混合均匀。然后,将55.76克该预混的混合物转移至另一个MAX 100混合杯中,然后添加1.28克IRGANOX、2.00克K1-GB和3.50克CPF,接着将该混合物放回设定为158° F(70℃)的烘箱中持续30分钟。从烘箱中取出混合物后,在Flactek混合器中于3,540rpm下对混合物共混一分钟,直至其均匀,然后将其放回158° F(70℃)的烘箱中持续另外的30分钟。将混合杯从烘箱中取出,并向组合物中添加11.05克DESMODUR,然后逐滴添加0.09克DBTDL。将混合杯放回混合器并在3,540rpm下共混一分钟,直至其均匀。然后,根据比较例A所述的方法制备凝胶条带。

[0071] 实例3

[0072] 重复如实例2中所述的一般工序,其中K1-GB从2.00克增加至5.00克,并使用Flactek混合器在3,500rpm下混合1分钟,而NCCI为3.38克NCCI-2和0.85克NCCI-3的共混物,将3.85克该共混物添加到预混物中。然后,根据比较例A所述的方法制备凝胶条带。

[0073] 针对预混进行了调整的比较例和实例的组合物以重量百分比汇总于表1中。

[0074] 表1

[0075]

组分（重量%）	比较例 A	实例 1	实例 2	实例 3
ABITOL-E	10.47	12.67	11.52	11.52
CPF	3.50	3.50	3.50	3.50
DBTDL	0.09	0.09	0.09	0.09

[0076]

DESMODUR	10.30	10.30	11.05	11.05
IRGANOX	1.28	1.28	1.28	1.28
K1-GB	2.00	2.00	2.00	5.00
NCCI-1	0	2.73	2.73	0
NCCI-2	0	0	0	3.08
NCCI-3	0	0	0	0.77
OOD	0	0.21	0.21	0.21
PHO SFLEX	16.37	20.26	16.37	16.37
POLY-BD	18.46	18.46	18.46	18.46
SMSN-PFX	4.32	0	4.32	4.32
TEH	1.88	1.88	1.88	1.88

[0077] 测试方法

[0078] 根据下文所述的测试方法评估凝胶条带的实例，结果列于表 2 中。

[0079] 室温剥离强度。

[0080] 2in×5in×43.2mil(50.8cm×127.0cm×1.1mm) 不锈钢测试试样块购自美国俄亥俄州费尔菲尔德的 Cheminstruments 公司 (Cheminstruments,Inc.,Fairfield,Ohio)。用异丙醇擦拭试样块的暴露面并使其干燥。从凝胶条带实例的一侧移除衬件，并使用同样购自 Cheminstruments 公司 (Cheminstruments, Inc.) 的 4.5lb(2.04kg) 重的辊将凝胶条带的暴露面手动层合到不锈钢试样块的洁净表面上。在根据 ASTM D3330 测量剥离强度之前，将测试样本在 70° F(21.2℃) 下保持 24 小时。

[0081] 耐盐腐蚀测试。

[0082] 用异丙醇清洁 4in×7in×63mil(10.16cm×17.78cm×1.6mm) 裸露的 7075T6 级铝，并在 70° F(21.1℃) 下使其干燥。使用 4 磅 (1.82kg) 重的辊将凝胶条带的 2in×2in(5.08cm×5.08cm) 的节段手动固定到试样块的一侧，并将样本在 70° F(21.1℃) 下保持 18 小时。然后用大约 3.3 克的 5 重量%的氯化钠水溶液喷涂测试试样块，并将试样

块转移到维持在95° F(35℃)和95%相对湿度的干燥器中干燥4小时。从干燥器中取出样本,每隔4小时重复施涂大约3.3克盐喷雾一次,共施涂两次以上,然后将测试试样块在干燥器中保持16小时。再重复4次该盐雾施涂方法,共连续5天,然后将测试试样块再干燥器中保持另外的48小时,总测试时间为168小时。该过程重复三次,在28天的测试时间内共施涂盐雾60个。然后从试样块上取下凝胶条带,用异丙醇清洁试样块并在70° F(21.1℃)下使其干燥。

[0083] 根据下列标准将凝胶条带下面的试样块腐蚀程度主观地评价为1-5级:

[0084] 腐蚀的测试面积(%) 评级

[0085] 0-5 1

[0086] 6-10 2

[0087] 11-15 3

[0088] 16-20 4

[0089] 20-25 5

[0090] 结果列于表2中。

[0091] 表2

[0092]

样本	剥离强度oz/in.w(g/cm.w)	耐盐腐蚀测试评级
比较例A	8.0(89.3)	4
实例1	7.7(85.9)	1
实例2	24.8(276.8)	1
实例3	9.6(107.2)	1

[0093] 在不脱离本发明范围和原理的前提下,本公开的各种变型和更改形式对于本领域的技术人员而言将是显而易见的,并且应当理解,不应将本公开不当地限制于上文示出的示例性实施例。