

交联剂用量及添加方法对 透明脱酮肟型单组分有机硅密封胶性能的影响

王 兵, 陈思斌, 宋立芝

(广州市白云化工实业有限公司, 广州 510540)

摘要: 以 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷 (107 硅橡胶)、甲基硅油、白炭黑、混合酮肟型交联剂、偶联剂和催化剂等为原料制成单组分中性透明脱酮肟型有机硅密封胶。研究了交联剂用量及添加方法对中性透明脱酮肟型有机硅密封胶的透明度及物理性能的影响, 同时对其储存稳定性和耐高温高湿后的性能进行了研究。当 107 硅橡胶为 100 份, 混合交联剂选择 6 份时, 得到的有机硅密封胶具有较快的表干时间, 深度硫化速度, 同时其硬度和强度适中, 且老化后的性能变化不大, 透明度也较优异, 在实际应用中具有良好的适应性。

关键词: 室温硫化, 硅橡胶, 中性, 透明, 脱酮肟型, 密封胶

中图分类号: TQ333.93 **文献标识码:** A doi:10.11941/j.issn.1009-4369.2015.02.007

单组分室温硫化 (RTV) 硅橡胶具有优异的高低温性能、耐老化性能、耐水性和电气绝缘性及良好的粘接性能。使用时直接从胶瓶内挤出, 使用方便, 在电子电器、建筑、交通运输、太阳能和道路桥梁等领域被广泛应用于金属、塑料、玻璃、橡胶等的粘接密封和固定。按 RTV 硅橡胶硫化时脱除的副产物不同, RTV 硅橡胶主要有脱酸型、脱醇型、脱酮肟型、脱丙酮型、脱酰胺型和脱胺型等几大类品种, 现今脱酮肟型有机硅密封胶已成为用量较大的品种之一^[1]。

脱酮肟型有机硅密封胶一般由端羟基聚二甲基硅氧烷、酮肟型硅烷交联剂、填料、硅烷偶联剂和催化剂等组成。具有良好的粘接性, 对绝大多数材料无腐蚀 (除对铜和 PC 塑料有轻微的腐蚀), 良好的储存稳定性。通过选择合适的原料和生产工艺, 把脱酮肟型有机硅密封胶做成透明的产品, 可以满足需要使用透明有机硅密封胶的场合。

本实验通过选用合适的填料和偶联剂, 并调整交联剂的用量, 研究了不同交联剂用量及添加方法对中性透明脱酮肟型有机硅密封胶的透明度及物理性能的影响, 同时对其储存稳定性和耐高温高湿后的性能进行了测试。

1 实验

1.1 主要原料及仪器设备

α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷 (107 硅橡

胶): 黏度 20 Pa·s, 信越化学工业株式会社; 二甲基硅油: 黏度 350 mPa·s, 道康宁 (中国) 投资有限公司; 疏水型气相法白炭黑: R974, 比表面积 170 m²/g, 赢创德固赛中国投资有限公司; 混合酮肟型交联剂: 霍尼韦尔中国有限公司; 硅烷偶联剂: 自制; 催化剂: 湖北新蓝天化工新材料有限公司。

行星分散搅拌机: KXJ-2, 无锡科越化工机械厂; 微电脑恒温恒湿机: OL-THS-80ZC, 深圳市欧朗试验设备有限公司; 电热恒温鼓风干燥箱: DHG-9140B, 上海申贤恒温设备厂; 电子万能试验机: AG-IC20KN, 日本岛津公司。

1.2 基本配方

107 硅橡胶 100 份, 二甲基硅油 10~20 份, 气相法白炭黑 10~15 份; 混合型酮肟型交联剂 3~8 份, 硅烷偶联剂 1~4 份, 催化剂 0.05~1 份。

1.3 制备工艺

在行星分散搅拌机中, 加入 107 硅橡胶和二甲基硅油, 混合均匀后加入混合酮肟型交联剂, 抽真空充分搅拌使之搅拌均匀, 然后加入气相法白炭黑, 搅拌 30~60 min 使之分散, 最后加入硅烷偶联剂和催化剂, 抽真空搅拌均匀后, 灌装到 300 mL 塑料胶瓶内。

收稿日期: 2014-08-14。

作者简介: 王兵 (1984—), 男, 有机硅项目主管, 主要从事有机硅密封胶在工业领域的应用研究。

E-mail: wangbing@china-baiyun.com。

1.4 性能测试

在实验室标准条件，即温度（23 ± 2）℃，湿度（50 ± 5）% 条件下测试其性能指标。

表干时间：按 GB/T 13477.5—2002 测试；硫化深度：挤出有机硅密封胶到玻璃上并盖上另一玻璃，放置 24 h 后切开，用游标卡尺量取有机硅密封胶硫化的深度 3 次，取平均值；硬度：按 GB/T 2411—2008 测试；拉伸强度和拉断伸长率：按 GB/T 528—2009 测试；储存稳定性：将密封胶于包装管中的新配制的密封胶放置于 90 ℃ 的恒温烘箱中鼓风烘烤 7 天，放置常温下冷却一天从胶管中挤出胶样，硫化 7 天后的有机硅密封胶试片，按 GB/T 528—2009 测试^[2]。

2 结果与讨论

2.1 交联剂用量对有机硅密封胶表干时间的影响

图 1 为混合交联剂用量对有机硅密封胶表干时间的影响。

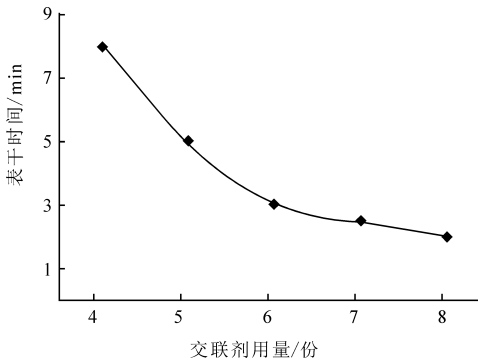


图 1 混合型交联剂用量对有机硅密封胶表干时间的影响

由图 1 可见，混合交联剂用量越多，密封胶的表干时间越快。这是因为交联剂的量增加时，一定时间内发生反应越快。当交联剂用量超过 5 份时，交联剂增加对表干时间的影响越来越小。

2.2 交联剂用量对有机硅密封胶硫化深度和硬度的影响

图 2 为混合型交联剂用量对有机硅密封胶硫化深度和硬度的影响。

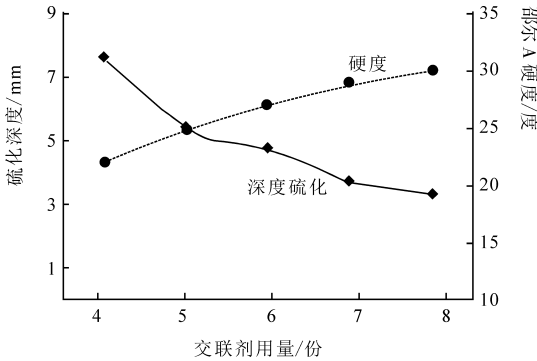


图 2 混合型交联剂用量对有机硅密封胶硫化深度和硬度的影响

由图 2 可见，随着交联剂用量的减少，24 h 硫化深度越快。这是由于交联剂越少，有机硅密封胶硫化时交联密度越低，湿气更容易扩散进密封胶内部，从而导致硫化速度加快。同时交联剂越少，密封胶硫化时交联密度低，硫化后的硬度就低。

2.3 交联剂用量对有机硅密封胶力学性能^[3]及储存稳定性的影响

表 1 为混合酮肟型交联剂用量对有机硅密封胶力学性能的影响。

表 1 混合酮肟型交联剂用量对有机硅密封胶力学性能的影响¹⁾

| 测试项目 | 交联剂用量/份 | | | | |
|----------|---------|------|------|------|------|
| | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 老化前 | | | | | |
| 拉伸强度/MPa | 0.77 | 0.84 | 0.87 | 0.92 | 1.05 |
| 拉断伸长率/% | 321 | 313 | 298 | 303 | 328 |
| 老化后 | | | | | |
| 拉伸强度/MPa | 未硫化 | 0.79 | 0.77 | 0.61 | 0.89 |
| 拉断伸长率/% | 未硫化 | 351 | 323 | 237 | 318 |

注：1) 老化过程测试相当于常温下 270 天的贮存期。

由表1可见,老化前,随着交联剂用量的增加,密封胶的拉伸强度逐渐增加。这是因为交联剂用量越大,密封胶的交联密度越高,因此强度越大。而拉断伸长率随着交联剂用量的变化,其数值变化不大;老化后,除交联剂用量为4份时密封胶不能正常硫化外,其余样品相对于老化前的强度均有所下降,而拉断伸长率则变化不大。

实验1中,有机硅密封胶不能正常硫化是因为在老化过程中,有机硅密封胶的储存稳定性下降。实验1有机硅密封胶的储存稳定性较差。常温下270天已经过期。

2.4 交联剂用量对有机硅密封胶透明度的影响

中性透明脱酮肟型有机硅密封胶主要应用于需要透明密封的场合,考虑到成本的因素,全透明的产品成本较高,市场上中性透明脱酮肟型有机硅密封胶基本上都是半透明的。本试验考察交联剂用量对有机硅密封胶性能影响的同时,也考察了交联剂用量对硫化后密封胶透明度的影响。

通过目测比对,按透明度高低的顺序,得出如下的结果:5份>4份>6份>7份>8份。考虑到目测对比方法存在主观上的误差,依据上述结果,可得出交联剂用量越少,硫化后的有机硅密封胶透明度越好的结论。

3 结论

中性透明脱酮肟型有机硅密封胶在实际应用过程中,对于表干时间,深度硫化速度要求越快越好,同时要求硬度越低越好,且要求密封胶具有一定的强度。同时希望密封具有较好的储存稳定性和透明度。综合以上的实验和分析结果,当107硅橡胶为100份,混合交联剂选择6份时,得到的有机硅密封胶具有较快的表干时间,深度硫化速度,同时其硬度和强度适中,且老化后的性能变化不大,透明度也较优异,在实际应用中具有良好的适应性。

参考文献

[1] 幸松民,王一璐. 有机硅合成工艺及产品应用[M]. 北京:化学工业出版社,2000: 614-620.

[2] 张墩明. 酮肟型单组分室温硫化有机硅胶粘剂的研制[J]. 中国胶粘剂,2000,9(4): 31-34.

[3] 何业明,张银华,苏少军. 高强度耐湿热老化室温硫化硅橡胶的研制[J]. 有机硅材料,2012,26(4): 242-247.

Effect of Amounts of Cross-Linking Agent and Adding Method on Transparent Ketone-Oxime Silicone Sealant

WANG Bing, CHEN Si-bin, SONG Li-zhi

(Guangzhou Baiyun Chemical Industry Co., Ltd., Guangzhou 510540, Guangdong)


Abstract: One component neutral transparent ketone-oxime sealant was prepared with hydroxyl-terminated polydimethylsiloxane (107 silicone rubber), dimethylsilicone fluid, fumed silica, hybrid ketone oxime cross-linking agent, coupling agent and catalyst. It illustrated the different amounts of cross-linking agent and adding methods would affect the transparency and physical properties of the neutral transparent ketone-oxime sealant. The storage stability and the performance of resistance to high temperature and high humidity of the sealant were discussed. With the loadings of 107 silicone rubber at 100 parts, and that of the mixed crosslinking agent at 6 parts, the prepared silicone sealant had a quicker drying time, the depth of the curing rate. Meanwhile, its hardness and strength were moderate, and aging properties changed little afterwards. It showed excellent transparency and good adaptability in the practical application.

Keywords: room temperature vulcanized silicone rubber, neutral transparent, ketone-oxime

交联剂用量及添加方法对透明脱酮肟型单组分有机硅密封胶性能的影响

作者：[王兵](#)，[陈思斌](#)，[宋立芝](#)，[WANG Bing](#)，[CHEN Si-bin](#)，[SONG Li-zhi](#)

作者单位：[广州市白云化工实业有限公司, 广州, 510540](#)

刊名：[有机硅材料](#)

英文刊名：[Silicone Material](#)

年，卷(期)：2015(2)

引用本文格式：[王兵](#). [陈思斌](#). [宋立芝](#). [WANG Bing](#). [CHEN Si-bin](#). [SONG Li-zhi](#) [交联剂用量及添加方法对透明脱酮肟型单组分有机硅密封胶性能的影响](#) [期刊论文] - [有机硅材料](#) 2015(2)