

收稿日期: 2014-07-07

作者简介: 王翠花(1980-), 女, 硕士。主要从事有机硅密封胶与改性硅烷密封胶的研发工作。E-mail: weifan1020@163.com。

双组分硅烷改性聚醚密封胶的制备及研究

王翠花, 刘 鹏, 赵 瑞, 韩胜利, 赵勇刚
(湖北回天新材料股份有限公司, 湖北 襄阳 441057)

摘要: 以MS聚合物、邻苯二甲酸二异癸酯、碳酸钙、紫外吸收剂、光稳定剂、炭黑、吸水稳定剂、N-(β -氨乙基)- γ -氨丙基三甲氧基硅烷、二醋酸二丁基锡、表面活性剂、水为原料, 制备了一种双组分硅烷改性聚醚密封胶, 并讨论了N-(β -氨乙基)- γ -氨丙基三甲氧基硅烷用量、二醋酸二丁基锡用量、邻苯二甲酸二异癸酯用量、水用量对双组分硅烷改性密封胶性能的影响。

关键词: 双组分; 硅烷改性; 密封胶; 剪切强度;

中图分类号: TQ436*.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-5922 (2014) 09-0050-03

1 前言

单组分硅烷改性聚醚密封胶由于综合了有机硅与聚氨酯的特点^[1-3], 具有不含异氰酸酯、无需底涂、可喷涂、耐候等性能, 近年来国内发展迅速, 在汽车制造、建筑、风力发电等领域开始批量使用, 技术也日趋成熟。但随着用胶厂家生产工艺的优化, 对胶粘剂的需求也不断变化, 例如, 当四季温度变化时, 胶的固化性能要求保持一致, 对提高生产节奏的要求越来越迫切。

本文研制了一种在低温下也可快速固化的双组分硅烷改性聚醚密封胶(以下简称双组分密封胶), 并且具有良好的施胶工艺性和贮存稳定性。

2 实验部分

2.1 实验原料

硅烷改性聚醚(简称MS聚合物), 日本KANEKA公司; 邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP), 美国埃克森美孚石油公司; 纳米碳酸钙, 山西芮城新泰纳米材料有限公司; 轻质碳酸钙1250目, 江西一环矿产有限公司; 紫外吸收剂Tinuvin326、光稳定剂Tinuvin770DF, 瑞士汽巴精化股份公司; 炭黑, 德国赛; Additive-TI吸水稳定剂, 朗盛; N-(β -氨乙基)- γ -氨丙基三甲氧基硅烷(JH-A112), 湖北新蓝天新材料股份有限公司; 二醋酸二丁基锡, 上海和氏璧; 表面活性剂, 自制; 去离子水。

2.2 密封胶的制备

双组分硅烷改性聚醚密封胶A组分制备: 将MS聚合物, 纳米碳酸钙, 增塑剂, 紫外吸收剂, 光稳定剂加入行星搅拌机中高温真空脱水1.5 h。待预混料降温至50℃以下, 加入硅烷偶联剂及有机锡催化剂, 搅拌0.5 h, 出料装入高密度聚乙烯塑料200 mL+200 mL的双管中。

双组分硅烷改性聚醚密封胶B组分制备: MS聚合物或增塑剂, 纳米碳酸钙, 表面活性剂、蒸馏水加入行星搅拌机中, 真空搅拌1h, 控制搅拌过程中物料温度不超过40℃, 出料装入高密度聚乙烯塑料200 mL+200 mL双管中。

2.3 密封胶的混合

A组分为黑色, B组分为白色。A、B组分制备分装于200 mL+200 mL双管中, 体积比为1:1, 使用静态混合胶嘴以及双组分胶枪, 可进行手动、气动施胶。

2.4 密封胶性能测试

表干时间: 在5℃, 相对湿度为(55±5)%RH条件下, 在干净的玻璃板上涂上适量的密封胶, 厚度约2 mm, 每隔1 min用手指轻触胶面, 至不粘手的时间即为表干时间。

剪切强度测试: 在低温5℃, 相对湿度为(55±5)%RH的条件下, 按GB/T 7124方法测试固化4 h与24 h的剪切强度。

贮存稳定性: A组分本身为可固化的单组分密封胶, 其稳定性测试方法为: 将密封的A组分在70℃老化7 d, 对比老化后是否有增稠、凝胶现象。

施胶工艺性: 包装于双管中的产品, 使用气动胶

枪,在0.4 MPa的压力下,配合静态混合胶嘴,比较施胶难易性,并测试60 s内出胶体积。

2.5 双组分MS密封胶基础配方

A组分	质量份
MS聚合物	100
增塑剂DIDP	20
纳米碳酸钙	100
紫外吸收剂	0.5
光稳定剂	0.5
炭黑	2
吸水稳定剂	0.1
交联剂JH-A112	3

二醋酸二丁基锡	2
B组分	
增塑剂DIDP	100
轻质碳酸钙	80
表面活性剂	3
水	8

3 结果与讨论

3.1 交联剂JH-A112对双组分密封胶性能的影响

JH-A112对双组分密封胶性能的影响见表1。

表1 JH-A112对双组分密封胶性能的影响
Tab.1 Effect of JH-A112 content on two-component sealant performance

JH-A112/质量份	2	2.5	3	3.5	4	4.5
表干时间/min	62	55	45	40	36	30
固化4 h剪切强度/MPa	0.2	0.32	0.4	0.46	0.5	0.48
固化24 h剪切强度/MPa	0.8	1.2	1.2	1.35	1.4	1.38
A组分稳定性	无变化	无变化	无变化	增稠	增稠	轻微凝胶

在基础配方中,当交联剂添加量从2份逐步增加到3份时,表干时间缩短,剪切强度增加,稳定性较好;从3份继续增加时,表干时间仍有缩短,但贮存性能明显下降,出现了轻微凝胶。主要原因是自催化及交联反应越来越明显。由于JH-A112含有双氨基与烷氧基

结构,在密封胶中既是交联剂,也是一种偶联剂,并且有自催化的作用,其添加量对表干时间、剪切强度及贮存稳定性影响明显。

3.2 二醋酸二丁基锡对双组分密封胶性能的影响

二醋酸二丁基锡对密封胶性能的影响见表2。

表2 二醋酸二丁基锡对双组分密封胶性能的影响
Tab.2 Effect of dibutyl tin diacetate content on two component sealant performance

二醋酸二丁基锡/质量份	0.5	1	1.5	2	2.5	3
表干时间/min	95	60	52	45	43	38
固化4 h剪切强度/MPa	0.08	0.2	0.35	0.5	0.48	0.5
固化24 h剪切强度/MPa	0.3	0.6	0.9	1.0	1.0	1.1
A组分稳定性	无变化	无变化	无变化	无变化	增稠	增稠

在基础配方中,随着二醋酸二丁基锡添加量增加,表干时间和剪切强度上升,5℃/4 h固化剪切强度达到0.5 MPa,24 h达到1.0 MPa。由于二醋酸二丁基锡为活性高,当添加量从2份继续增加时,表干时间略

有增加,强度基本不变,但A组分老化后出现增稠,稳定性下降。

3.3 B组分中增塑剂对双组分密封胶性能的影响

增塑剂对双组分密封胶性能的影响见表3。

表3 DIDP对双组分密封胶性能的影响
Tab.3 Effect of DIDP content on two component sealant performance

DIDP/质量份	80	90	100	110	120
表干时间/min	45	49	50	58	75
固化4 h剪切强度/MPa	0.3	0.35	0.3	0.1	0.08
固化24 h剪切强度/MPa	1.0	0.9	0.9	0.5	0.3
A/B施胶工艺性, ml/60s	差	一般	良好	优	优
	18	25	40	50	65

增塑剂的加入,可以改善密封胶的施胶工艺性,

但也削弱了聚合物分子链间的作用力,增加了聚合物

分子链间的移动性,使聚合物分子的规整性降低,结晶度降低。表3为增塑剂DIDP对表干时间、剪切强度及工艺性的影响,当其添加量为100份时,既能获得较好

剪切强度,也能满足施胶工艺性。

3.4 水对双组分密封胶固化性能的影响

水对双组分密封胶固化性能的影响见表4。

表4 水对双组分密封胶性能的影响
Tab.4 Effect of water content on two component sealant performance

水/质量份	2	4	6	8	10	12
表干时间/min	85	72	55	40	41	38
固化4 h剪切强度/MPa	0.1	0.2	0.3	0.5	0.42	0.4
固化24 h剪切强度/MPa	0.4	0.7	1.1	1.4	1.4	1.2

B组分水用量的增加,表干时间加快,主要是在催化剂作用下,充足的水分子一方面使聚合物的烷氧基交联,一方面使硅烷上的烷氧基水解速度加快,水解的硅醇结构又与聚合物交联,使固化时间明显缩短,达到良好的固化效果。表4中,当水为8份时,双组分密封胶5℃下的固化综合性能较好。

4 结语

(1) 在基础配方中,每100份MS聚合物,JH-A112添加2.5~3份时,双组分密封胶表干时间适中,强度较高。5℃固化4 h与24 h剪切强度分别为0.4 MPa与1.2 MPa,并且A组分的稳定性良好。

(2) 在基础配方中,每100份MS聚合物,二醋酸

二丁基锡添加2份时,双组分密封胶表干时间较快,5℃/4 h强度达0.5 MPa,并且A组分稳定性良好。

(3) B组分中,DIDP添加量为100份时,既能获得较好剪切强度,也能获得良好的施胶工艺性。

(4) B组分中,当水为8份时,固化4 h与24 h的剪切强度最佳。

参考文献

- [1]Feng T M,Waldman B A.Silyated urethane polymer enhance properties of construction sealants[J].Adhesives Age,1995,38(4):30-32.
- [2]黄未雨,等.硅烷化聚氨酯技术在汽车工业中的应用[J].粘接,2005,26(2):44-46.
- [3]胡勤斌,陈世龙,聂华英.单组分硅烷化聚氨酯密封胶的研究[J].中国胶粘剂,2005,14(8):31-34.

Preparation and performance on two-component silicone-modified polyether sealant

WANG Cui-hua ,LIU Peng,ZHAO Rui,HANG Sheng-li,ZHAO Yong-gang
(Huibei Huitian New Materials Co.,Ltd.,Xiangyang,Hubei 441057,China)

Abstract: The two-component silicone-modified polyether sealant was prepared by using the MS polymer(a silicone modified polyether),diisodecyl phthalate,calcium carbonate,ultraviolet-absorbents,light stabilizer,carbon black,3-(2-aminoethyl)-aminopropyltriethoxysilane,dibutyl tin diacetate, surfactant and water as the raw materials. The article discussed the influence of 3-(2-aminoethyl)-aminopropyltriethoxysilane content,dibutyl tin diacetate content,diisodecyl phthalate content and water content on performance of the two-component silicone-modified polyether sealant.

Key words: two-component;silicone-modified;sealant;tensile shear strength