



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105443756 B

(45)授权公告日 2018.07.31

(21)申请号 201511025240.8

C08J 7/04(2006.01)

(22)申请日 2015.12.31

C09D 129/04(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

C08L 7/00(2006.01)

申请公布号 CN 105443756 A

C08L 21/00(2006.01)

(43)申请公布日 2016.03.30

(73)专利权人 锦西化工研究院有限公司

地址 125000 辽宁省葫芦岛市龙港区高新七路146号

(72)发明人 王宝军 杨肃宁 侯超军 张淑斌 郑飞 高大勇

(74)专利代理机构 北京恒和顿知识产权代理有限公司 11014

代理人 揭玉斌 蔡志勇

(56)对比文件

US 2001/0033059 A1,2001.10.25,

CN 85106415 A,1987.03.18,

CN 101733305 A,2010.06.16,

陶军等.如何降低有机玻璃片的厚度公差.

《广州化工》.1983,(第02期),

潘晓鹏等.几种水溶液型涂膜剂成膜材料的

性质研究及筛选.《中国医院药学杂志》.2009,第29卷(第12期),

审查员 冯瑶

(51)Int.Cl.

F16J 15/10(2006.01)

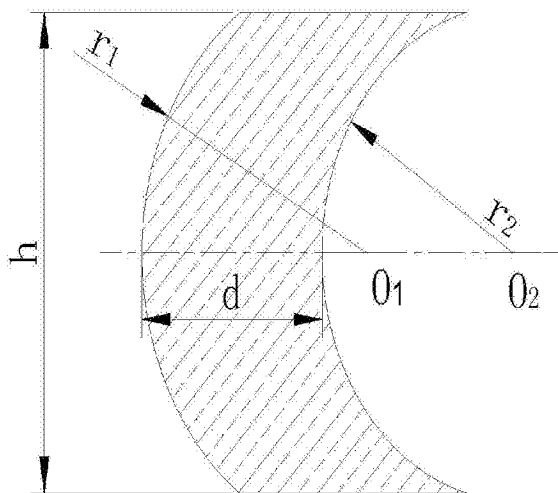
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

制备大尺寸特厚有机玻璃用密封垫条及表面保护方法

(57)摘要

本发明公开了一种制备大尺寸特厚有机玻璃聚合用密封垫条及表面保护方法。密封垫条为四角有弧度的方形，其截面形状为两端被截断的拱形，其中垫条高度h，垫条中间厚度d，垫条外径r1，垫条内径r2根据制备有机玻璃的厚度调整。用于制备密封垫条的材质为橡胶。密封垫条具有一定的硬度和弹性，使密封垫条能随聚合体系收缩应可相应被压缩，防止聚合过程中体系收缩造成甲基丙烯酸甲酯(MMA)的渗出和水的渗入对聚合过程造成的影响。采用聚乙烯醇溶液作为保护液，将保护液涂刷在密封垫条表面，干燥后的聚乙烯醇膜可有效防止聚合过程中密封垫条被MMA溶胀、溶解，防止胶条由于MMA溶剂迁移出的成分对MMA自由基聚合的阻聚作用，满足了制备大尺寸特厚有机玻璃板材的要求。采用该技术后，甲基丙烯酸甲酯聚合过程稳定，极大地提高了大尺寸特厚有机玻璃聚合成功率。



1. 用于制备大尺寸特厚有机玻璃用的密封垫条,其特征在於:所述的密封垫条为四角有弧度的方形,其截面形状为两端被截断的拱形,其中垫条高度 h ,垫条中间厚度 d ,垫条外径 r_1 ,垫条内径 r_2 根据制备有机玻璃的厚度调整, $r_1:r_2=0.8\sim 1.2$, $h:d=3\sim 5$,用于制备密封垫条的材质为天然橡胶或合成橡胶,密封垫条硬度为60A~70A,密封垫条应具有一定的弹性和可压缩性,随聚合体系收缩可相应被压缩,垫条高度 h 可压缩率最大应达到20%。

2. 如权利要求1所述的密封垫条的表面保护方法,其特征在於,在密封垫条的表面涂刷保护液,该保护液为聚乙烯醇溶液,所选聚乙烯醇至少为两种,第一种是聚合度1000~2000、醇解度 $\geq 80\%$ 的水溶性聚乙烯醇,第二种是聚合度400~700、醇解度45%至65%的醇溶性聚乙烯醇,聚乙烯醇溶液的质量浓度为3%~20%;

所述的密封垫条表面涂刷保护液时,涂刷顺序:第二种聚乙烯醇溶液涂刷2遍~3遍,涂刷温度为20℃~40℃之间,涂刷后干燥方式为通风情况下自然干燥,每遍涂刷后干燥时间不小于10min;之后进行第一种聚乙烯醇溶液涂刷3遍~5遍,涂刷温度为20℃~40℃之间;涂刷后干燥方式为自然干燥或加热干燥,每遍涂刷后干燥时间不小于30min。

制备大尺寸特厚有机玻璃用密封垫条及表面保护方法

技术领域

[0001] 本发明属于本体高分子聚合物生产技术领域,具体涉及水浴聚合生产大尺寸特厚有机玻璃聚合用密封垫条及表面的保护方法。

背景技术

[0002] 本体浇铸聚合工艺是有机玻璃板材的主要生产方法,其方法是:两层硅玻璃在四周边缘用弹性体密封垫条按一定间隔(根据所制备板材厚度确定)隔开,制成聚合模型,将预聚合原料(主要是甲基丙烯酸甲酯、引发剂等)灌入聚合模型中,在一定温度下聚合一定时间,高温处理后得到有机玻璃板材。按照聚合热传导方式,可分为风浴聚合和水浴聚合两种方式。

[0003] 大尺寸特厚有机玻璃的制备采用的是水浴聚合方式,由于聚合模型浸泡在水中,并且随着聚合的不断进行聚合体系将产生明显的收缩,因此对密封垫条的密封性能提出较高要求,目前一般采用天然橡胶或合成橡胶等弹性材料并加工成特殊可压缩的形状;同时有机玻璃生产主要原料甲基丙烯酸甲酯对这些弹性材料有溶胀作用,影响垫条的尺寸稳定性和密封可靠性,用表面保护的方法解决密封垫条的尺寸稳定性是很有必要的。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于开发一种水浴聚合生产有机玻璃用密封垫条及表面保护方法,使密封垫条能有效跟随体系的收缩,在聚合过程中不被甲基丙烯酸甲酯溶胀,保持模具尺寸稳定,避免物料渗漏及进水。确保甲基丙烯酸甲酯聚合过程稳定,提高大尺寸特厚有机玻璃聚合成功率。

[0005] 本发明公开的方法包括:

[0006] 制备大尺寸特厚有机玻璃用密封垫条及表面保护方法,其特征在于:所述的密封垫条为四角有弧度的方形可压缩形状,其截面形状如图1所示。其中 d 、 h 、 r_1 、 r_2 可根据制备有机玻璃的厚度调整, $r_1:r_2=0.8\sim 1.2$, $h:d=3\sim 5$,用于制备密封垫条的材质为天然橡胶或合成橡胶;密封垫条硬度应控制在60A~70A;密封垫条应具有一定的弹性和可压缩性,随聚合体系收缩可相应被压缩,高度 h 可压缩率最大应达到20%。

[0007] 特征2,所述的密封垫条表面涂刷的保护液为聚乙烯醇溶液,使用聚乙烯醇溶液进行表面保护主要是利用操作便利、易成膜、阻隔性优良等特点,所选聚乙烯醇至少为两种,其一是高聚合度(聚合度1000~2000)、高醇解度($\geq 80\%$)的水溶性聚乙烯醇,另一种是低聚合度(聚合度400~700)、低醇解度(45%至65%)的醇溶性聚乙烯醇,聚乙烯醇溶液的质量浓度为3%~20%。第一种聚乙烯醇是保证密封垫条的表面保护层的强度,第二种聚乙烯醇是保证密封垫条的表面保护层的柔软和抗裂性。

[0008] 特征3所述的密封垫条表面涂刷保护液时,涂刷顺序:第二种聚乙烯醇溶液涂刷2~3遍,涂刷温度为20℃~40℃之间,涂刷后干燥方式为强制通风情况下自然干燥,每遍涂刷后干燥时间不小于10min;之后进行第一种聚乙烯醇溶液涂刷3~5遍,涂刷温度为20℃~

40℃之间；涂刷后干燥方式为自然干燥或加热干燥，每遍涂刷后干燥时间不小于30min。

[0009] 本发明的优选技术方案包含如下步骤：

[0010] 首先，按图2尺寸加工用于制备橡胶垫条的模具，含直线段模具和角部模具两种。利用模具加工整体密封垫条，密封垫条的硬度控制在60A~70A之间。密封垫条应具有一定的弹性和可压缩性，随聚合体系收缩可相应被压缩，高度h可压缩率最大应达到20%。

[0011] 其次配制聚乙烯醇溶液，第一种聚乙烯醇溶液是在80℃~90℃左右的温度下用纯净水和高聚合度、高醇解度的水溶性聚乙烯醇(如PVA-1799)配制聚乙烯醇溶液，其溶液浓度控制在3%~20%之间，溶液配置后过滤保证其均匀性。

[0012] 第二种聚乙烯醇溶液是用乙醇或甲醇和低聚合度(聚合度400-700)、低醇解度45%至65%)的醇溶性聚乙烯醇配制聚乙烯醇溶液，其溶液浓度控制在3%~20%之间，溶液配置后过滤保证其均匀性。

[0013] 施工方法：用毛刷将配制好的聚乙烯醇溶液均匀涂在密封垫条的工作面，干燥后再涂刷第二遍，以此顺序直到完成全部聚乙烯醇溶液的刷涂。

[0014] 本发明的有益效果在于，采用如图1所示的整体密封垫条能较好的保证体系的收缩并保证体系的密封效果。采用涂刷聚乙烯醇溶液的方式能较好的保护密封垫条，阻止甲基丙烯酸甲酯与密封垫条的接触，避免聚合体系被阻聚，使体系顺利聚合。

附图说明

[0015] 图1为图2的A-A剖面图，密封垫条的截面图。图中h是垫条高度，d是垫条中间厚度，r1为垫条外径，r2为垫条内径。

[0016] 图2密封垫条俯视图示意图。

具体实施方式

[0017] 实施例1

[0018] 采用天然橡胶加工密封垫条，选用材料硬度为60A~70A之间。选用密封垫条的外框尺寸为：1780×1780mm。其截面尺寸为d：20mm、h：70mm、r₁：40mm、r₂：40mm。聚乙烯醇溶液浓度控制在8%±1%，垫条涂刷5遍(第一种3遍，第二种2遍)。采用10mm厚、尺寸为1800×1800mm的钢化玻璃为模板，洗涤干燥后用弓形卡将垫条夹紧，控制模型模具值为63.9mm~64.1mm。制备好的模型吊入水浴聚合槽中，待用。将甲基丙烯酸甲酯及少量引发剂等其他助剂经预聚合并真空处理及过滤后灌注到聚合模型中，浆液液面与水面保持一致，直到浆液灌满，水面高于模型100mm左右。通过循环水控制体系聚合温度，聚合时间为200h左右，之后转入高温处理，最终得到55mm厚度、有效尺寸为1600×1600mm的有机玻璃，板材性能满足要求。

[0019] 实施例2

[0020] 采用天然橡胶加工密封垫条，选用材料硬度为60A~70A之间。选用密封垫条的外框尺寸为：1780×1780mm。其截面尺寸为d：22mm、h：80mm、r₁：45mm、r₂：45mm。聚乙烯醇溶液浓度控制在10%±1%，垫条涂刷5遍(第一种3遍，第二种2遍)。采用10mm厚、尺寸为1800×1800mm的钢化玻璃为模板，洗涤干燥后用弓形卡将垫条夹紧，控制模型模具值为73.9mm~74.1mm。制备好的模型吊入水浴聚合槽中，待用。将甲基丙烯酸甲酯及少量引发剂等其他助

剂经预聚合并真空处理及过滤后灌注到聚合模型中,浆液液面与水面保持一致,直到浆液灌满,水面高于模型100mm左右。通过循环水控制体系聚合温度,聚合时间为240h左右,之后转入高温处理,最终得到67mm厚度、有效尺寸为1600×1600mm的有机玻璃,板材性能满足要求。

[0021] 实施例3

[0022] 采用天然橡胶加工密封垫条,选用材料硬度为60A~70A之间。选用密封垫条的外框尺寸为:1780×1780mm。其截面尺寸为d:25mm、h:100mm、r₁:60mm、r₂:60mm。聚乙烯醇溶液浓度控制在8%±1%,垫条涂刷6遍(第一种4遍,第二种2遍)。采10mm厚、尺寸为1800×1800mm的钢化玻璃为模板,洗涤干燥后用弓形卡将垫条夹紧,控制模型模具值为84.9mm~85.1mm。制备好的模型吊入水浴聚合槽中,待用。将甲基丙烯酸甲酯及少量引发剂等其他助剂经预聚合并真空处理及过滤后灌注到聚合模型中,浆液液面与水面保持一致,直到浆液灌满,水面高于模型100mm左右。通过循环水控制体系聚合温度,聚合时间为360h左右,之后转入高温处理,最终得到76mm厚度、有效尺寸为1600×1600mm的有机玻璃,板材性能满足要求。

[0023] 比较例1

[0024] 按实施例1同样的表面保护方法,相同的模型制备方法和相同的聚合工艺,使用外径为70mm内径54mm的橡胶管为密封垫条,粘接成1780×1780mm的方形框。到200h时发现聚合体系内进水,角部开裂。有机玻璃局部阻聚、表面因进水发白,聚合失败。

[0025] 同上,使用截面为矩形的橡胶条作为密封垫条,粘接成1780×1780mm的方形框。到100h时发现由于密封垫条收缩率不足导致钢化玻璃模板炸裂,聚合体系内进水,聚合失败。

[0026] 比较例2

[0027] 按实施例2同样的密封垫条,相同的模型制备方法和相同的聚合工艺,不用聚乙烯醇溶液保护涂层而采用0.01mm厚聚酯薄膜包覆密封垫条的方法。聚合前两天体系漏浆,到200h时发现体系内进水。有机玻璃局部阻聚、表面因进水发白,聚合失败。

[0028] 比较例3

[0029] 按实施例3同样的密封垫条,相同的模型制备方法和相同的聚合工艺,表面保护层涂刷时仅涂刷第一种聚乙烯醇溶液4遍的方法。聚合前十天聚合正常,到260h时发现体系内进水。有机玻璃局部阻聚、表面因进水发白,聚合失败。后期检查、分析确认密封垫条表面保护层在聚合后期出现裂纹。

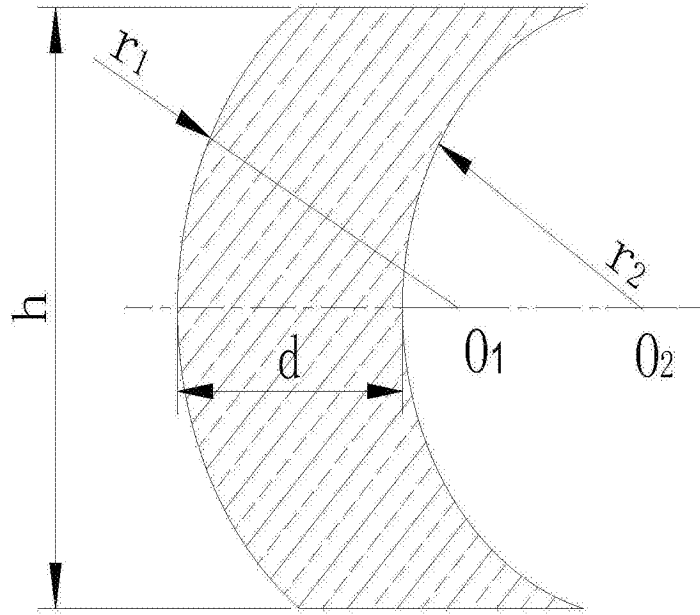


图1

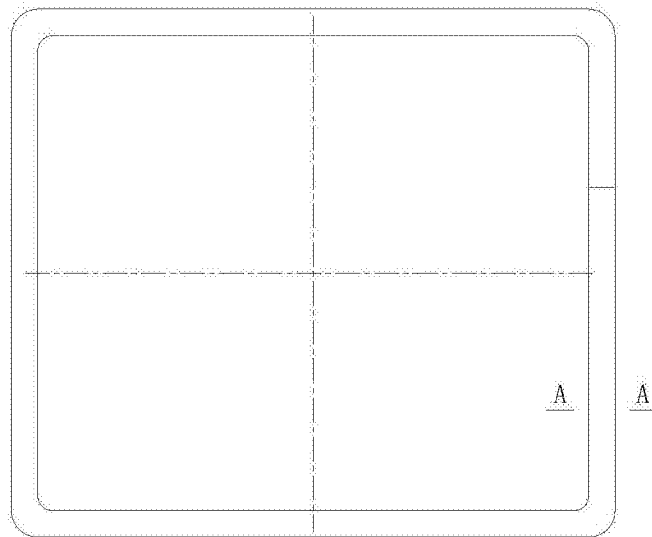


图2