



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510021163.9

[43] 公开日 2005 年 11 月 30 日

[11] 公开号 CN 1702137A

[22] 申请日 2005.6.25

[21] 申请号 200510021163.9

[71] 申请人 西南科技大学

地址 621010 四川省绵阳市涪城区西南科技大学

[72] 发明人 戴亚堂 张小博

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法

[57] 摘要

一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是由下列步骤组成：按重量配比甲醛 30 ~ 50 份、聚乙烯醇 100 ~ 200 份混合，在 80 - 95℃ 保持 2 - 3 小时；再加入尿素 50 ~ 70 份、异氰酸酯 10 ~ 20 份，在 30 ~ 80℃ 反应 3 ~ 5 小时后制得改性聚乙烯醇；取制得的改性聚乙烯醇 5 ~ 30 份，加入环氧树脂 70 ~ 90 份混匀，得到改性聚乙烯醇增韧的第 1 组分；取填料 5 ~ 30 份、稀释剂 5 ~ 50 份、二乙烯三胺 10 ~ 30 份混匀，得到第 2 组分。第 1、2 组分混合使用，在室温下能快速固化，可在 -90 ~ 120℃ 下使用，单搭接样拉伸剪切强度 > 10MPa，挥发物含量 < 10%，粘度在 80 - 500mPa · s 之间，对金属、陶瓷、玻璃及有机聚合物等均有较好的粘接性。

1、一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是主要由下列步骤组成：

(a) 按重量配比甲醛 30~50 份、聚乙烯醇 100~200 份取量混合，在温度 80-95℃ 条件下保持 2-3 小时，制得聚乙烯醇缩甲醛；

(b) 再加入尿素 50~70 份、异氰酸酯 10~20 份，在 30~80℃ 对聚乙烯醇缩甲醛进行改性，反应 3~5 小时后制得改性聚乙烯醇；

(c) 取步骤 (b) 制得的改性聚乙烯醇 5~30 份，加入环氧树脂 70~90 份，搅拌混合均匀，得到第一组分；

(d) 取填料 5~30 份、稀释剂 5~50 份、二乙烯三胺 10~30 份，混合均匀，得到第二组分。

2、按权利要求 1 所述室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是：所述聚乙烯醇是聚合度为 1750~1799 聚乙烯醇。

3、按权利要求 1 所述室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是：所述环氧树脂是 E44 或 E51 环氧树脂。

4、按权利要求 1 所述室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是：所述填料是纳米二氧化硅或/和三氧化二铝。

5、按权利要求 1 所述室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是：所述稀释剂是二缩水甘油醚或/和邻苯二甲酸二辛酯。

一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法

技术领域

本发明涉及一种粘合剂的制备方法，特别涉及一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，适用于金属、陶瓷、玻璃、有机聚合物等材料的粘接。

背景技术

随着工业技术的发展，精密仪器、微电子技术得到了广泛应用，很多仪器设备在装配过程中都会应用到特种装配技术。将仪器零件装配连接在一起则需要用到粘度和固化时间适中、粘接强度较高、可常温固化、无毒无味、无腐蚀性的特种装配胶，但是，目前现有的市售胶粘剂的综合性能很难完全达到上述要求，这已不能满足现特种装配使用的需求。因此，研制微小零部件精密装配专用胶具有十分重要的现实意义。

目前，国内外胶类品种很多，既有可数秒钟快速固化，也有可数十分钟至数小时固化的市售商品。但是对于前者而言，由于固化时间太短，零部件尚未调整到位，胶已固化，很难使用；而对于后者粘度较大，对于微小零部件施工较为困难，且其中含有的溶剂会对有机薄膜造成破坏，使其在装配领域中的应用受到限制。而且，目前的市售商品胶粘剂基本上都是针对工业及民用等较大零部件的连接与装配等，其综合性能很难完全适应微小零部件精密装配的特殊性，同时大量挥发性的化学物质对装配环境中其它部件的不良影响无法避免。特别是其对固化条件要求比较苛刻，在低温下性能较差，且储存时间也不能满足要求。

发明内容

本发明的目的旨在克服上述现有技术中的不足，提供一种综合性能优良的室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法。

本发明的内容是：一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，其特征是主要由下列步骤组成：

(a) 按重量配比甲醛 30~50 份、聚乙烯醇 100~200 份取量混合，在温度 80-95℃条件下保持 2-3 小时，制得聚乙烯醇缩甲醛；

(b) 再加入尿素 50~70 份、异氰酸酯 10~20 份，在 30~80℃对聚乙

烯醇缩甲醛进行改性，反应3~5小时后制得改性聚乙烯醇；

(c) 取步骤(b)制得的改性聚乙烯醇5~30份，加入环氧树脂70~90份，搅拌混合均匀，制备得到改性聚乙烯醇增韧的第一组分；

(d) 取填料5~30份、稀释剂5~50份、二乙烯三胺10~30份，混合均匀，得到第二组分。

使用时，将所述第一组分与第二组分混合均匀，即制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品，随即可用于各种粘接，其综合性能可满足精密装配零件中的使用。

本发明内容中：填料可增强胶粘剂强度，稀释剂可减小体系粘度，固化剂快速固化胶粘剂；

本发明内容中：所述聚乙烯醇是聚合度为1750~1799聚乙烯醇。

本发明内容中：所述环氧树脂是E44或E51环氧树脂。

本发明内容中：所述填料是纳米二氧化硅或/和三氧化二铝。

本发明内容中：所述稀释剂是二缩水甘油醚或/和邻苯二甲酸二辛酯。

本发明内容中：还可以将所述步骤(d)的各组分混合均匀后，再与所述步骤(c)得到的产物搅拌混合均匀，从而制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品。

与现有技术相比，本发明具有下列特点：

(1) 本发明制备的胶粘剂外观为浆状液体，无毒、无味，不选用溶剂，可在-90~120℃下使用，单搭接样拉伸剪切强度>10MPa，挥发物含量<10%，粘度在70-500 mPa·s之间，可在常温常压固化，使用时间可在20min-80min根据需要调节，固化体积收缩小，储存期≥1年，对金属、陶瓷、玻璃及有机聚合物等都有较好的粘接性，且对聚合物呈惰性；

(2) 制备了新型的环氧树脂胶粘剂的增韧剂——改性聚乙烯醇，解决了环氧树脂本身粘度较大，固化后脆性较大，室温固化时间较长等缺点；

(3) 克服了现有市售产品中常见的环氧树脂固化使用溶剂造成粘接点周边微环境污染的问题；

(4) 降低了挥发物含量及固化所引起的体积收缩；

(5) 室温固化时间可调，在-90~120℃环境中粘接性能稳定；

(6) 原材料易得，生产工艺简单，产品实用性强。

具体实施方式

实施例1：

一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法，由下列步骤组成：

(a) 按重量配比甲醛 30 份(单位可取克、千克等,后续文中意义相同)、聚乙烯醇 ($n=1799$) 100 份取量混合,在温度 80°C 条件下保持 2-3 小时,制得聚乙烯醇缩甲醛;

(b) 再加入尿素 50 份、异氰酸酯 10 份,在 30°C 对聚乙烯醇缩甲醛进行改性,反应 3 小时后制得改性聚乙烯醇;

(c) 取步骤 (b) 制得的改性聚乙烯醇 5 份,加入环氧树脂 (E44) 70 份,搅拌混合均匀,制备得到改性聚乙烯醇增韧的第一组分;

(d) 取填料纳米二氧化硅 5 份、稀释剂邻苯二甲酸二辛酯 5 份、二乙烯三胺 10 份,混合均匀,得到第二组分。

使用时,将所述第一组分与第二组分混合均匀,即制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品,随即可用于各种粘接,其综合性能具有本发明内容中所述特点和效果,可满足精密装配零件中的使用。

实施例 2~9:

一种室温固化特种装配用环氧胶粘剂的制备方法,制备步骤和工艺条件同实施例 1,各组分用量见下表:

实施例编号 用量(克) 组分	2	3	4	5	6	7	8	9
甲醛	35	40	45	50	30	35	40	50
聚乙烯醇(1750)	100				120			140
聚乙烯醇(1799)		130	150	100		110	150	
尿素	60	50	50	70	60	50	70	70
异氰酸酯	10	15	20	20	10	15	15	10
改性聚乙烯醇	5	16	23	30	26	18	13	8
E-44 环氧树脂	80		90			70		
E-51 环氧树脂		70		50	90		80	70
纳米二氧化硅		20		30		15		
纳米三氧化二铝	15		30		20		30	10
二缩水甘油醚	10			20	40		50	
邻苯二甲酸二辛酯		10	20			30		40
二乙烯三胺	20	10	30	10	20	30	30	10

各实施例制备得到的室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品，其使用方法同实施例 1，综合性能具有本发明内容中所述特点和效果，可满足精密装配零件中的使用。

实施例 10:以甲醛 30 份、尿素 50 份、异氰酸酯 10 份、聚乙烯醇($n=1799$) 100 份在 30℃制备得到改性聚乙烯醇；取改性聚乙烯醇 6 份，加入环氧树脂 (E44) 70 份，搅拌混合均匀，得到第一组分；取纳米二氧化硅 5 份，二缩水甘油醚 5 份，二乙烯三胺 10 份混合均匀，得到第二组分。使用时，将第一组分与第二组分混合均匀，即制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品，随即可用于各种粘接。

实施例 11:以甲醛 35 份、尿素 60 份、异氰酸酯 10 份、聚乙烯醇($n=1759$) 200 份在 60℃制备得到改性聚乙烯醇；取改性聚乙烯醇 15 份，加入环氧树脂 (E44) 80 份，搅拌混合均匀，得到第一组分；取纳米三氧化二铝 5 份，二缩水甘油醚 5 份，二乙烯三胺 20 份混合均匀，得到第二组分；使用时，将第一组分与第二组分混合均匀，即制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品，随即可用于各种粘接。

实施例 12:以甲醛 40 份、尿素 50 份、异氰酸酯 15 份、聚乙烯醇($n=1799$) 130 份在 80℃制备得到改性聚乙烯醇；取改性聚乙烯醇 25 份，加入环氧树脂 (E51) 70 份，搅拌混合均匀，得到第一组分；取纳米二氧化硅 20 份，邻苯二甲酸二辛酯 10 份，二乙烯三胺 10 份混合均匀，得到第二组分；使用时，将第一组分与第二组分混合均匀，即制备得到室温固化改性环氧树脂胶粘剂产品，随即可用于各种粘接。

本发明不限于上述实施例，本发明内容所述均可实施，并具有所述良好效果。