



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 106147676 A

(43) 申请公布日 2016. 11. 23

(21) 申请号 201510162967. 4

(22) 申请日 2015. 04. 08

(71) 申请人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路 15 号

(72) 发明人 陈晓红 任张毓 宋怀河

(51) Int. Cl.

C09J 163/00(2006. 01)

C09J 183/04(2006. 01)

C09J 11/04(2006. 01)

C09J 11/06(2006. 01)

C09J 5/02(2006. 01)

C09J 5/06(2006. 01)

C08G 59/44(2006. 01)

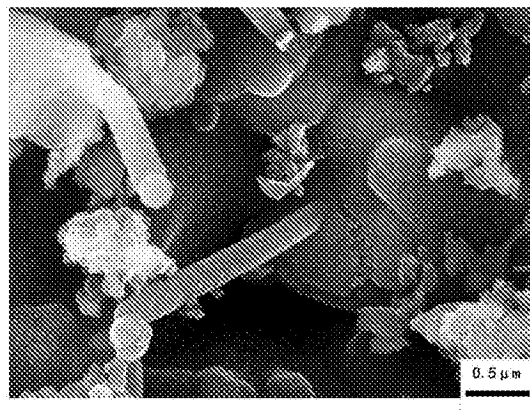
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54) 发明名称

一种碳化硅晶须填充有机硅树脂高温粘接剂的制备方法

(57) 摘要

一种耐高温材料用耐高温粘接剂制备, 其特征在于制备过程分为四部: 步骤一: 将无机填料放入硅烷偶联剂含量为 5% 乙醇溶液中搅拌 30min, 烘干。步骤二: 碳化硅晶须在含有 5% KH550 的丙酮溶剂中, 超声分散 2h。步骤三: 使用硅烷偶联剂将环氧和有机硅树脂在 80-95℃ 条件下偶联。将填料、晶须、树脂按一定比例混合。步骤四: 粘接剂均匀涂覆在即将粘接的两片板材中间, 采取错动的方式粘接在一起, 使用固定装置固定板材, 室温 (25℃) 条件下 72h 固化。经实践证明: 粘接后的材料在 1200℃ 条件下, 仍有良好的力学性能。本发明制备的粘接剂热失重率低、耐酸碱性能优异, 在耐高温材料粘接领域有着广泛的实用价值和应用领域。



1. 本发明是一种碳化硅晶须填充有机硅树脂耐高温粘接剂制备,其特征在于:使用本发明中粘接剂可以在低温条件下完成施工,在高温条件下使用。其制备方法如下:

步骤一:填料表面处理。取一定量无水乙醇,按5%的比例向其中添加硅烷偶联剂,搅拌混合均匀后,加入等量的无机填料,机械搅拌30min,放入到超声分散机中超声分散1h,取出后,将无机填料放置在100℃烘箱中烘干,烘干后收入到自封袋中,供以后使用。

步骤二:晶须表面处理。使用工业级碳化硅晶须,浸泡在含有5% KH550的丙酮溶剂中,浸泡2h。采用机械搅拌的方式,搅拌2h。对经过改性的碳化硅晶须进行超声分散,超声分散3h。

步骤三:主料配制。本文采用硅烷偶联将环氧树脂和有机硅树脂在一定温度条件下进行偶联,制备了耐高温粘接剂的主料树脂。将粘接剂主料和已表面处理过碳化硅晶须溶液混合,采用旋转蒸发的方式,除去其中的丙酮溶剂。待溶剂蒸发完后,将含碳化硅晶须的粘接剂主料与填料按5:5比例混合均匀,加入固化剂低分子聚酰胺650和催化剂二月桂酸二丁基锡。采用搅拌的方式混合均匀。

步骤四:粘接方法。将处理过的粘接材料放置于平整桌面上,采用小刮刀摸取少量混合加工好的粘接剂,均匀涂覆在即将粘接的两片板材中间,用刮刀将粘接表面刮平,将两片板材采取错动的方式,粘接到一块,反复错动,赶走粘接层中气泡,使用固定装置将两片板材固定牢,并施加一定的压力,放置在室温(25℃)环境中72h,取出后,等待高温处理。

2. 根据权利要求书1中所述的环氧树脂为环氧树脂E-51,使用的有机硅树脂为甲基苯基硅氧烷树脂。

3. 根据权利要求书1中所述的无机填料主要为Al粉(200-300目)、ZrO₂粉(200-300目)、B₄C粉(100-200目)。

4. 根据权利要求书1中所述的无机填料、有机主料、晶须采用机械搅拌的时间为15min。

5. 根据权利要求书1中所述的环氧树脂与有机硅树脂偶联温度为70-100℃。

一种碳化硅晶须填充有机硅树脂高温粘接剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高温粘接剂材料领域,特别涉及一种适用于耐高温材料粘接剂的制备方法。

背景技术

[0002] 陶瓷材料、碳碳复合材料作为耐高温材料被广泛的使用在了航空航天等多项领域。由于航空航天器件结构复杂,在组装过程中,常常存在脆性大,不易一体成型等多个困难,为了更好的达到使用效果,在不同陶瓷部件连接中,采用了粘接的结合方式。

[0003] 在粘接耐高温部件时,为了能更好的使粘接部件紧固,在高温环境下使用时,仍然能保持较高的力学强度,使粘接而成的耐高温部件仍然可以使用,不至于因为粘接部位性能不符合要求,而影响整个器件的性能。在这种条件下,对于粘接耐高温材料的粘接剂就提出了很高的要求,要求其既能经受高温环境的考验,同时,在高温条件下还要起到粘接剂的本身粘接紧固作用,保持良好的力学性能。

[0004] 目前,国内外耐高温材料用的粘接剂主要分为两种类型,分别为无机耐高温粘接剂和有机耐高温粘接剂。无机型耐高温粘接剂主要有磷酸盐基耐高温粘接剂和硝酸盐基耐高温粘接剂。无机型耐高温粘接剂耐温性能优良,能经受 2000-3000℃ 的高温,但也存在脆性大,延展性差,易吸湿等缺点。有机型耐高温粘接剂主要有有机硅类、酚醛类、酰胺类等类型的耐高温粘接剂,有机型耐高温粘接剂的力学强度较好,有着较高的比强度和比模量,但是存在耐温性能较差等缺点,制约了其在超高温领域的应用。

发明内容

[0005] 1. 发明目的:为了更好的满足耐高温材料的粘接要求,得到既能在高温环境下使用,同时,较高的粘接强度,使得粘接剂的耐高温材料部件能在高温环境下使用并且不影响其力学强度。

[0006] 2. 技术方案:本发明是一种耐高温材料用粘接剂制备,其特征在于:耐高温材料使用的粘接剂主要可以在低温条件下完成施工,在高温条件下使用。其制备方法如下:

步骤一:填料表面处理。取一定量无水乙醇,按 5% 的比例向其中添加硅烷偶联剂,搅拌混合均匀后,加入等量的无机填料,机械搅拌 30min, 放入到超声分散机中,超声分散 1h, 取出后,将无机填料放置在 100℃ 烘箱中烘干,烘干后收入到自封袋中,供以后使用。

[0007] 步骤二:晶须表面处理。使用工业级碳化硅晶须,浸泡在含有 5%KH550 的丙酮溶剂中,浸泡 2h。采用机械搅拌的方式,搅拌 2h。对经过改性的碳化硅晶须进行超声分散,超声分散 3h。

[0008] 步骤三:主料配制。本文采用硅烷偶联将环氧树脂和有机硅树脂在一定温度条件下进行偶联,制备了耐高温粘接剂的主料树脂。将粘接剂主料和已表面处理过碳化硅晶须溶液混合,采用旋转蒸发的方式,除去其中的丙酮溶剂。待溶剂蒸发完后,将含碳化硅晶须的粘接剂主料与填料按 5:5 比例混合均匀,加入固化剂低分子聚酰胺 650 和催化剂二月桂

酸二丁基锡。采用搅拌的方式混合均匀。

[0009] 步骤四：粘接方法。将处理过的粘接材料放置于平整桌面上，采用小刮刀摸取少量混合加工好的粘接剂，均匀涂覆在即将粘接的两片板材中间，用刮刀将粘接表面刮平，将两片板材采取错动的方式，粘接到一块，反复错动，赶走粘接层中气泡，使用固定装置将两片板材固定牢，并施加一定的压力，放置在室温（25℃）环境中 72h，取出后，得到粘接好的陶瓷材料。

[0010] 根据权利要求书 1 中所述的环氧树脂为环氧树脂 E-51，使用的有机硅树脂为甲基苯基硅氧烷树脂。

[0011] 根据权利要求书 1 中所述的无机填料主要为 Al 粉（200-300 目）、ZrO₂粉（200-300 目）、B₄C 粉（100-200 目）。

[0012] 根据权利要求书 1 中所述的无机填料、有机主料、晶须采用机械搅拌的时间为 15min。

[0013] 根据权利要求书 1 中所述的环氧树脂与有机硅树脂偶联温度为 70-100℃。

[0014] 3. 具有优点：本发明涉及到一种耐高温材料用粘接剂的制备过程，主要使用温度为 700-1200℃。使用本粘接剂，可以在室温条件下粘接施工，放置 72h 后可以完全固化，达到使用要求。将粘接后的耐高温部件放置在高温环境中使用，仍然能保持高的力学强度，起到很好的粘接效果。

[0015] （1）本发明在高温条件下，力学性能优异，在高温环境下，经历 1000℃煅烧 2h 后，剪切强度仍然可以达到 20MPa

（2）本发明热失重率低，在经历采用热失重分析后，得出在 900℃灼烧后，失重率为 43.2%

（3）本发明的固化温度低，在 25℃放置 72h 后，经过红外分析，发现粘接剂已经固化，粘接条件平和，施工容易实现。

[0016] （4）本发明耐酸和耐碱性能优异，在 10%H₂SO₄ 和 10%NaOH 溶液中浸泡 30 天后，质量仅减重仅为 3.1% 和 4.8%。

[0017] （5）本发明具有一定的韧性，在制备的标准样条，采用国标 GB/T 6569-2006 进行测试后，发现其弯曲强度为 26.83MPa 性能优异。

[0018] （四）附图说明

图 1 本发明的实施操作流程图

图 2 本发明主料、填料配制流程图

图 3 粘接剂内部扫描电子显微镜图片

图 4 粘接剂热失重曲线图

图 5 粘接剂耐腐蚀性：时间 - 质量变化图

（五）具体实施方式

实例 1

氧化铝陶瓷片的粘接。

[0019] 步骤一：取相同规格的氧化铝陶瓷片两片，用丙酮擦洗，然后在 150℃条件下烘干 2h，取出备用。步骤二：填料表面处理。取 20ml 无水乙醇，按 5% 的比例向其中添加硅烷偶联剂 KH550，搅拌混合均匀后，加入 3g 的碳化硼，机械搅拌 30min，放入到超声分散机中，超

声分散 1h,取出后,将无机填料放置在 100℃烘箱中烘干,烘干后收入到自封袋中,以备以后使用。

[0020] 步骤三:晶须表面处理。称取碳化硅晶须 0.2g,浸泡在含有 5%KH550 的丙酮溶剂中,浸泡 2h。采用机械搅拌的方式,搅拌 2h。对经过改性的碳化硅晶须进行超声分散,超声分散 3h。

[0021] 步骤三:主料配制。本文采用硅烷偶联 KH560 将环氧树脂 (E-51) 和有机硅树脂在 85℃条件下进行机械搅拌混合,反应时间为 1h。将粘接剂主料和已表面处理过碳化硅晶须溶液混合,采用旋转蒸发的方式,除去其中的丙酮溶剂。待溶剂蒸发完后,将含碳化硅晶须的粘接剂主料与填料按 5:5 比例混合均匀,加入固化剂低分子聚酰胺 651 和催化剂二月桂酸二丁基锡。采用搅拌的方式混合均匀。

[0022] 步骤四:粘接方法。将处理过的粘接材料放置于平整桌面上,采用小刮刀挑取少量混合加工好的粘接剂,均匀涂覆在即将粘接的氧化铝陶瓷片表面,涂覆面积为氧化铝陶瓷片平面的 1/2。用刮刀将粘接表面刮平,把两片氧化铝陶瓷片采取错动的方式,粘接到一块,反复错动,赶走粘接层中气泡,使用固定装置将氧化铝陶瓷片固定,并施加一定的压力,放置在室温(25℃)环境中 72h,取出后,得到粘接好的氧化铝陶瓷片材。

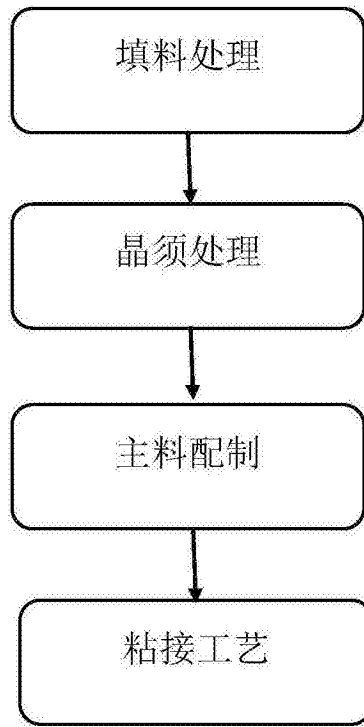


图 1

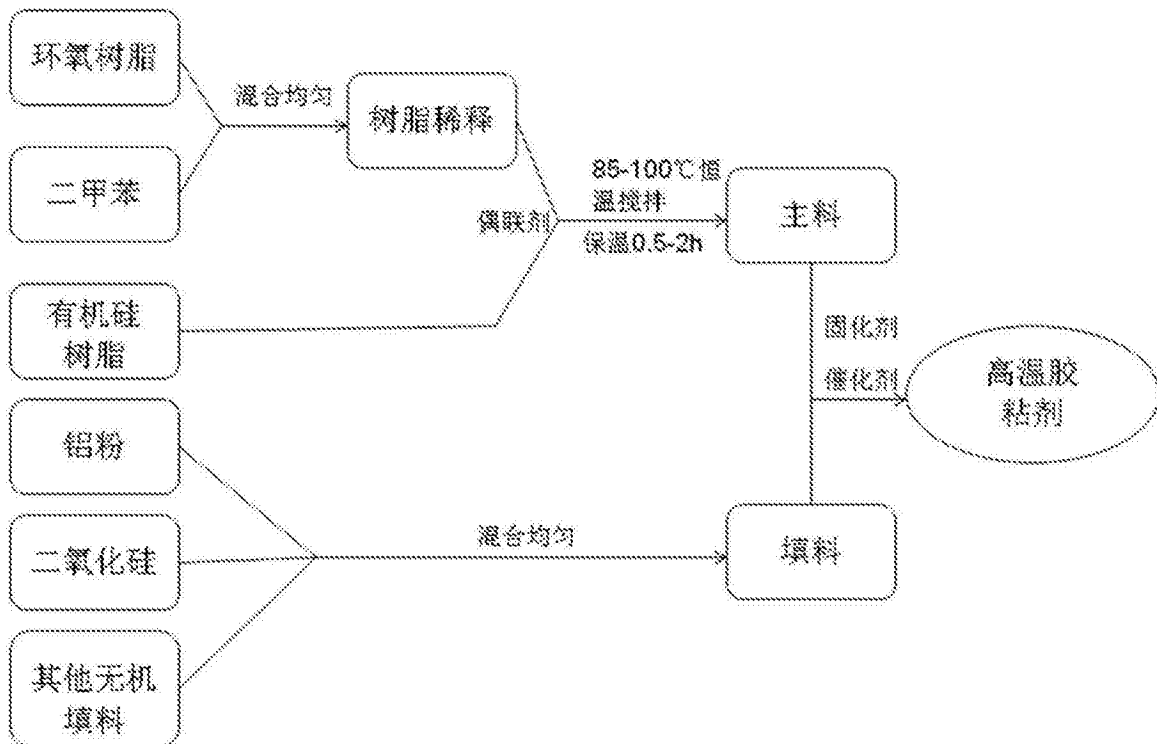


图 2

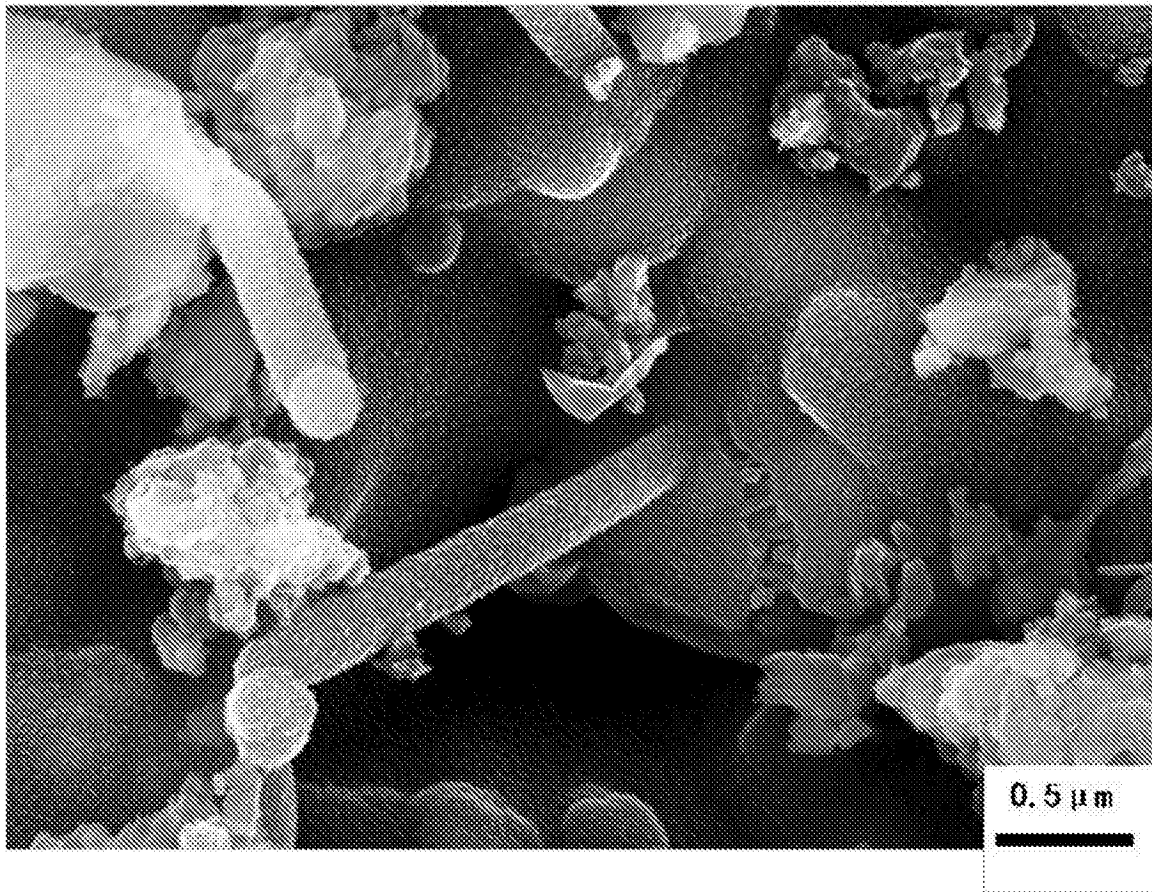


图 3

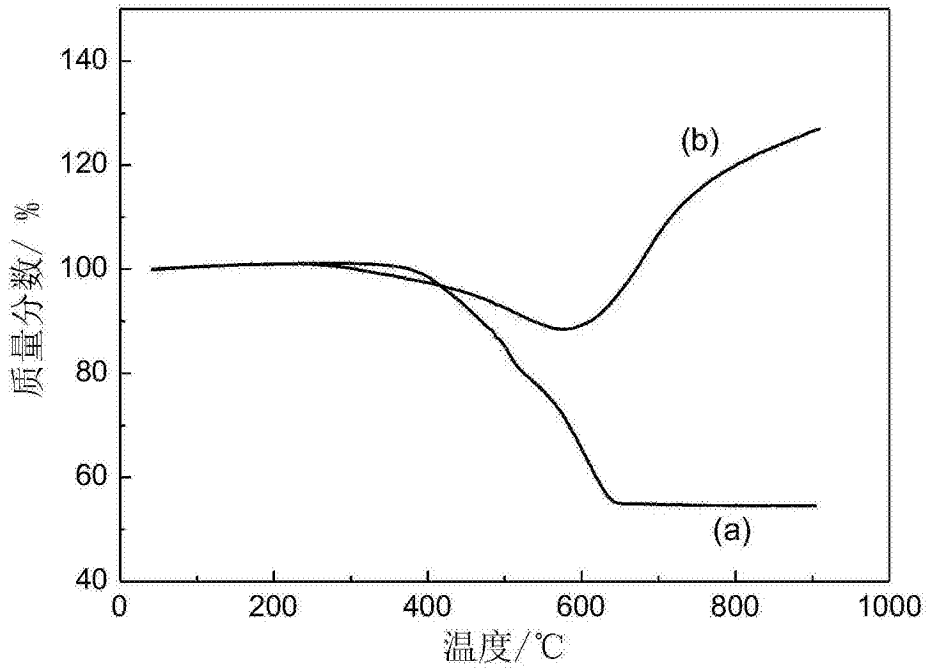


图 4

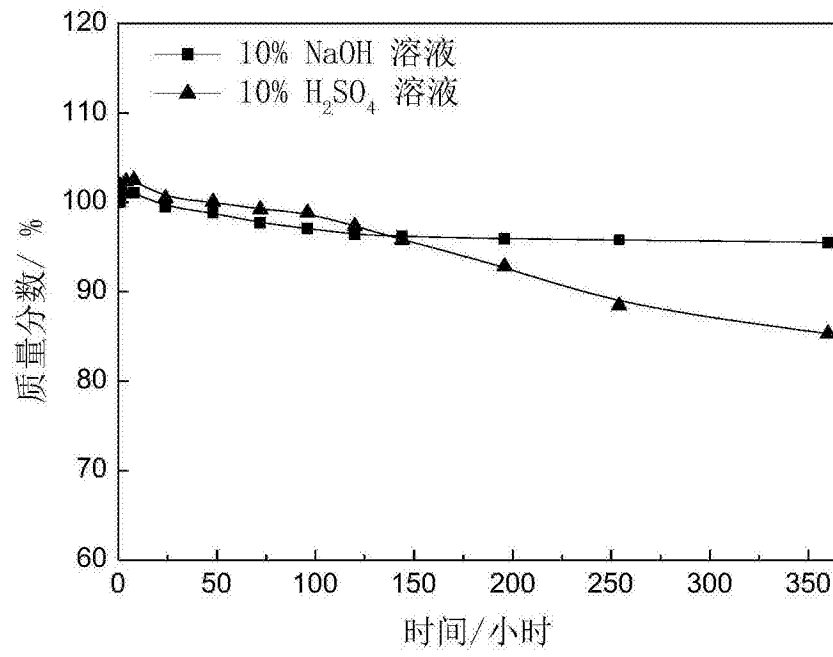


图 5