

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2021 年 3 月 4 日 (04.03.2021)



(10) 国际公布号
WO 2021/035909 A1

(51) 国际专利分类号:
C09J 183/07 (2006.01) *C09J 183/05* (2006.01)
C09J 163/00 (2006.01) *C09J 11/06* (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2019/112261

(22) 国际申请日: 2019 年 10 月 21 日 (21.10.2019)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201910784221.5 2019 年 8 月 23 日 (23.08.2019) CN

(71) 申请人: 复旦大学 (FUDAN UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国上海市杨浦区邯郸路 220 号, Shanghai 200433 (CN)。珠海复旦创新研究院 (ZHUHAI FUDAN INNOVATION INSTITUTE) [CN/CN]; 中国广东省珠海市横琴新区创意谷 21 栋 C, Guangdong 519000 (CN)。

(72) 发明人: 郭浩 (GUO, Hao); 中国上海市杨浦区淞沪路 2005 号化学楼 A8020, Shanghai 200438 (CN)。

(74) 代理人: 上海科盛知识产权代理有限公司 (SHANGHAI KESHENG INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY LTD.); 中国上海市徐汇区零陵路 899 号飞洲国际大厦 18F 座, Shanghai 200030 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS,

JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

根据细则 4.17 的声明:

— 发明人资格 (细则 4.17 (iv))

本国际公布:

— 包括国际检索报告 (条约第 21 条 (3))。

(54) Title: PREPARATION METHOD FOR THERMALLY CURED ORGANIC SILICON ADHESIVE

(54) 发明名称: 一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法

(57) Abstract: The present invention relates to a preparation method for a thermally cured organic silicon adhesive, comprising the steps: sequentially adding vinyl-terminated silicon oil and an epoxy resin compound into a mixing kettle to be stirred, and then adding a platinum catalyst for stirring to obtain a component A; sequentially adding phenyl hydrogen-containing silicon oil and a toughening agent into the mixing kettle to be stirred, and then adding a fluorine-containing compound for stirring to obtain a component B; and mixing the component A and the component B and then curing same to obtain the thermally cured organic silicon adhesive. Compared with a conventional preparation process of an organic silicon adhesive, the preparation method for the thermally cured organic silicon adhesive provided in the present invention simplifies production conditions and saves production time, and moreover, the organic silicon adhesive prepared according to the method in the present invention has high refractive index and light transmittance, thermal curing performance and the like.

(57) 摘要: 本发明涉及一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法, 步骤为: 将端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物依次加入混合釜中搅拌, 然后加入铂催化剂搅拌, 得到组分 A; 将苯基含氢硅油、增韧剂依次加入混合釜中搅拌, 然后加入含氟化合物搅拌, 得到组分 B; 将组分 A 和组分 B 混合后固化, 即制得热固化有机硅胶黏剂。与传统的有机硅胶黏剂制备工艺相比, 本发明所提供的热固化有机硅胶黏剂的制备方法既简化了生产条件, 同时也节约了生产时间, 并且按照本发明的方法所制得的有机硅胶黏剂具有很高的折射率、透光率以及热固化等性能。

WO 2021/035909 A1

一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法

技术领域

本发明涉及高分子材料技术领域，尤其是涉及一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法。

背景技术

迄今为止，胶黏剂的传统生产工艺大多数是在真空搅拌机中通过高速分散、高压挤出、真空消泡和挤出灌装等几个阶段来完成的。在这些生产工艺中，普遍存在一些技术缺陷，如：生产条件苛刻、生产过程复杂、生产时间长、生产效率低等。

随着有机硅胶黏剂在各个工业技术领域的广泛应用，其制备工艺也受到了重视和研究。如何开发出一种便捷、高效、适合于大规模工厂化生产的有机硅胶黏剂制备工艺是亟待解决的问题。

专利 CN 107674639 A 公开了一种有机硅胶黏剂的制备方法，包括制备组分 A、制备组分 B 以及将组分 A 和组分 B 混合后固化的步骤，在制备组分 A 和组分 B 的步骤中，将原料加入第一料缸混合进行搅拌，可直接在敞开体系中进行，不需要特定的惰性气体保护或者在真空的条件下进行搅拌；此外，将搅拌好的混合物从第一料缸经过 300~400 目的滤网常压过滤到第二料缸，不需要高压挤出，但该专利存在以下不足：所制得的有机硅胶黏剂的折射率、透光率以及热固化等性能难以满足较高要求的场合使用。

发明内容

本发明的目的就是为了解决上述问题而提供一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法。

本发明的目的通过以下技术方案实现：

一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，包括如下步骤：

(1) 制备组分 A：以重量份计称取：端乙烯基硅油 20~50 份、

环氧树脂类化合物 10~18 份和铂催化剂 0.005~0.01 份；

将端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物依次加入混合釜中搅拌，然后加入铂催化剂，继续搅拌，将得到的混合物从混合釜经滤网常压过滤，得到组分 A；

(2) 制备组分 B：以重量份计称取：苯基含氢硅油 25~40 份、增韧剂 3~6 份、含氟化合物 1-2 份；

将苯基含氢硅油、增韧剂依次加入混合釜中搅拌，然后加入含氟化合物，继续搅拌，将得到的混合物经滤网常压过滤，得到组分 B；

(3) 将所述组分 A 和所述组分 B 混合后固化，即制得热固化有机硅胶黏剂。

优选地，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，在混合釜中的搅拌速度均为 80~100 rpm/min。

优选地，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，在混合釜中搅拌和继续搅拌的时间为 90~120 分钟。

优选地，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，所述滤网为 400 目滤网。

优选地，所述端乙烯基硅油为单端封乙烯基聚甲基硅氧烷，粘度为 200-10000cps。

优选地，所述环氧树脂类化合物选自缩水甘油醚类环氧树脂、缩水甘油酯类环氧树脂、缩水甘油胺类环氧树脂、线型脂肪族类环氧树脂或脂环族类环氧树脂。

优选地，所述铂催化剂为氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物。

优选地，所述苯基含氢硅油包含一种或者几种含氢量在 0.01~0.5% 的苯基含氢聚硅氧烷。

优选地，所述增韧剂选自邻苯二甲酸二辛酯、邻苯二甲酸二异癸酯、邻苯二甲酸二丁酯、壬二酸二辛酯、癸二酸二辛酯、环氧大豆油、磷酸三甲苯酯、磷酸三苯酯或磷酸三辛酯中的一种或几种。

优选地，所述含氟化合物为甲基丙烯酸全氟甲酯。

与专利 CN 107674639 A 公开的有机硅胶黏剂相比，本发明采用端乙烯基硅油（单端封乙烯基聚甲基硅氧烷）、与环氧树脂类化合物及铂催化剂先反应生成组分 A，将苯基含氢硅油、增韧剂、含氟化合物反应生成组分 B，组分 A 和组分 B 混合后固化，制得热固化有机硅，本发明中由于添加了单端封乙烯基聚甲基硅氧烷，单端封乙烯基聚甲基硅氧烷与环氧树脂类化合物发生加成反应，环氧树脂结构中含有羟基和环氧基等极性基团，使分子与相邻物体表面产生了较大的吸附性，提高了胶黏剂整体的粘附性；而含氟化合物的加入，显著提升了有机硅胶黏剂的耐热性，所制得的有机硅胶黏剂具有更优异的折射率、透光率以及热固化等性能。

具体实施方式

下面结合具体实施例对本发明进行详细说明，但绝不是对本发明的限制（以下各实施例中，各种原料每质量份均为 1 克）。

实施例 1

制备组分 A：以重量份计称取 1000cps 端乙烯基硅油 25 份，环氧树脂类化合物缩水甘油醚类环氧树脂 12 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.15% 的苯基含氢硅油 30 份，增韧剂壬二酸二辛酯 4 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至 60℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 2

制备组分 A：以重量份计称取 900cps 端乙烯基硅油 35 份，环氧树脂类化合物线型脂肪族类环氧树脂 12 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.005 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.18% 的苯基含氢硅油 35 份，增韧剂癸二酸二辛酯 5 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至 60℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 3

制备组分 A：以重量份计称取 10000cps 端乙烯基硅油 20 份，环氧树脂类化合物缩水甘油酯类环氧树脂 12 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（120rpm/min）维持搅拌 120 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 120 分钟；将经过搅

拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.15% 的苯基含氢硅油 30 份，增韧剂磷酸三苯酯 4 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1.5 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（120rpm/min）维持搅拌 120 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 120 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至 60℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 4

制备组分 A：以重量份计称取 5000cps 端乙烯基硅油 40 份，环氧树脂类化合物缩水甘油胺类环氧树脂 12 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.12% 的苯基含氢硅油 30 份，增韧剂磷酸三甲苯酯 4 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1.3 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至

80℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 5

制备组分 A：以重量份计称取 4000cps 端乙烯基硅油 20 份，环氧树脂类化合物脂环族类环氧树脂 10 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.5% 的苯基含氢硅油 30 份，增韧剂环氧大豆油 4 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1.5 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至 60℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 6

制备组分 A：以重量份计称取 600cps 端乙烯基硅油 25 份，环氧树脂类化合物脂环族类环氧树脂 15 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（90rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B: 以重量份计称取含氢量为 0.15% 的苯基含氢硅油 30 份, 增韧剂邻苯二甲酸二异癸酯 5 份, 甲基丙烯酸全氟甲酯 1.6 份; 将称取好的苯基含氢硅油, 增韧剂, 依次加入混合釜中, 开动搅拌 (90rpm/min) 维持搅拌 90 分钟, 之后加入含氟化合物, 相同转速下继续搅拌 90 分钟; 将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出, 进入到桶, 得到组分 B。

使用时, 将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合, 搅拌 3 分钟, 减压条件下抽气 3 分钟, 脱除反应体系中的气泡, 然后加热至 60℃, 30 分钟后取出, 冷却至室温, 即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 7

制备组分 A: 以重量份计称取 1000cps 端乙烯基硅油 25 份, 环氧树脂类化合物缩水甘油醚类环氧树脂 16 份, 氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份; 将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物, 依次加入混合釜中, 开动搅拌 (90rpm/min) 维持搅拌 90 分钟, 之后加入铂催化剂, 相同转速下继续搅拌 90 分钟; 将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出, 进入桶, 得到组分 A。

制备组分 B: 以重量份计称取含氢量为 0.15% 的苯基含氢硅油 30 份, 增韧剂邻苯二甲酸二辛酯 4 份, 甲基丙烯酸全氟甲酯 2 份; 将称取好的苯基含氢硅油, 增韧剂, 依次加入混合釜中, 开动搅拌 (90rpm/min) 维持搅拌 90 分钟, 之后加入含氟化合物, 相同转速下继续搅拌 90 分钟; 将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出, 进入到桶, 得到组分 B。

使用时, 将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合, 搅拌 3 分钟, 减压条件下抽气 3 分钟, 脱除反应体系中的气泡, 然后加热至 60℃, 30 分钟后取出, 冷却至室温, 即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

实施例 8

制备组分 A：以重量份计称取 8000cps 端乙烯基硅油 35 份，环氧树脂类化合物缩水甘油胺类环氧树脂 11 份，氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物 0.008 份；将称取好的上述端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物，依次加入混合釜中，开动搅拌（100rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入铂催化剂，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入桶，得到组分 A。

制备组分 B：以重量份计称取含氢量为 0.4% 的苯基含氢硅油 30 份，增韧剂邻苯二甲酸二丁酯 4 份，甲基丙烯酸全氟甲酯 1 份；将称取好的苯基含氢硅油，增韧剂，依次加入混合釜中，开动搅拌（100rpm/min）维持搅拌 90 分钟，之后加入含氟化合物，相同转速下继续搅拌 90 分钟；将经过搅拌得到的混合物从混合釜中经过 400 目的滤网常压过滤流出，进入到桶，得到组分 B。

使用时，将 A 组分和 B 组分加入到反应瓶当中混合，搅拌 3 分钟，减压条件下抽气 3 分钟，脱除反应体系中的气泡，然后加热至 60℃，30 分钟后取出，冷却至室温，即可得到具有热固化特性的有机硅胶黏剂。

固化后的有机硅胶黏剂性能测试：

透光率、折光率测定

将上述实施示例中所得组分 A 和组分 B 混合得到的无色透明液体，减压脱除气泡，然后取少量分别加入到石英皿中，然后加热至 60℃，20 分钟后取出，冷却至室温固化，进行透光率的测试，所采用仪器为 DRTG-81 分体式透光率测试仪器；将上述实施示例中所得组分 A 和组分 B 混合得到无色透明液体，压脱除气泡，然后取少量分别涂覆于长 10cm、宽 5cm、厚 2mm 的玻璃板上，涂覆的有机硅胶黏剂的厚度为 0.5mm，然后加热至 60℃，20 分钟后取出，冷却至室温固化，进行折光率的测试，所采用的仪器为 DR-M4 多波长阿贝折

射仪（波长 589nm）。测试结果如下表 1 所示：

表 1 固化后的有机硅胶黏剂透光率、折光率测定

样品	有无气泡	颜色	透光率（%）	折光率
实施例 1	无	无色透明	>99.5	1.4941
实施例 2	无	无色透明	>99.6	1.5138
实施例 3	无	无色透明	>99.2	1.5237
实施例 4	无	无色透明	>99.9	1.6739
实施例 5	无	无色透明	>99.1	1.5141
实施例 6	无	无色透明	>99.2	1.4940
实施例 7	无	无色透明	>99.6	1.5145
实施例 8	无	无色透明	>99.3	1.5139

热固化性能测定：

将上述实施示例中组分 A 和组分 B 混合所得到的无色透明液体，减压脱除气泡，然后加热至 60℃，20 分钟后取出，冷却至室温固化，然后在 300~900℃范围内进行该有机硅胶黏剂的热固化测定，结果如下表 2 所示：

表 2 固化后的有机硅胶黏剂热固化性能测试

低温烘烤 (30min)	300℃	400℃	500℃	600℃	700℃	900℃
实施例 1	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	浅黄色 少量气泡
实施例 2	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	浅黄色 无气泡
实施例 3	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 少量气泡
实施例 4	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡
实施例 5	无色透明	无色透明	无色透明	无色透明	无色透明	浅黄色

	无气泡	无气泡	无气泡	无气泡	无气泡	少量气泡
实施例 6	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	浅黄色 少量气泡
实施例 7	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	浅黄色 少量气泡
实施例 8	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	无色透明 无气泡	浅黄色 少量气泡

上述的对实施例的描述是为便于该技术领域的普通技术人员能理解和使用发明。熟悉本领域技术的人员显然可以容易地对这些实施例做出各种修改，并把在此说明的一般原理应用到其他实施例中而不必经过创造性的劳动。因此，本发明不限于上述实施例，本领域技术人员根据本发明的揭示，不脱离本发明范畴所做出的改进和修改都应该在本发明的保护范围之内。

权 利 要 求

1. 一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，包括如下步骤：

(1) 制备组分 A：以重量份计称取：端乙烯基硅油 20~50 份、环氧树脂类化合物 10~18 份和铂催化剂 0.005~0.01 份；

将端乙烯基硅油和环氧树脂类化合物依次加入混合釜中搅拌，然后加入铂催化剂，继续搅拌，将得到的混合物从混合釜经滤网常压过滤，得到组分 A；

(2) 制备组分 B：以重量份计称取：苯基含氢硅油 25~40 份、增韧剂 3~6 份、含氟化合物 1-2 份；

将苯基含氢硅油、增韧剂依次加入混合釜中搅拌，然后加入含氟化合物，继续搅拌，将得到的混合物经滤网常压过滤，得到组分 B；

(3) 将所述组分 A 和所述组分 B 混合后固化，即制得热固化有机硅胶黏剂。

2. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，在混合釜中的搅拌速度均为 80~100 rpm/min。

3. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，在混合釜中搅拌和继续搅拌的时间为 90~120 分钟。

4. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，制备组分 A 和制备组分 B 的步骤中，所述滤网为 400 目滤网。

5. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述端乙烯基硅油为单端封乙烯基聚甲基硅氧烷，粘度为 200-10000cps。

6. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述环氧树脂类化合物选自缩水甘油醚类环氧树脂、缩水甘油酯类环氧树脂、缩水甘油胺类环氧树脂、线型脂肪族类环氧树脂或脂环族类环氧树脂。

7. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述铂催化剂为氯铂酸四乙基二乙烯二硅烷络合物。

8. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述苯基含氢硅油包含一种或者几种含氢量在 0.01~0.5% 的苯基含氢聚硅氧烷。

9. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述增韧剂选自邻苯二甲酸二辛酯、邻苯二甲酸二异癸酯、邻苯二甲酸二丁酯、壬二酸二辛酯、癸二酸二辛酯、环氧大豆油、磷酸三甲苯酯、磷酸三苯酯或磷酸三辛酯中的一种或几种。

10. 根据权利要求 1 所述的一种热固化有机硅胶黏剂的制备方法，其特征在于，所述含氟化合物为甲基丙烯酸全氟甲酯。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2019/112261

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09J 183/07(2006.01)i; C09J 163/00(2006.01)i; C09J 183/05(2006.01)i; C09J 11/06(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09J; C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

DWPI; SIPOABS; CNABS; CNTXT; CNKI; ISI Web of Knowledge: 粘合, 黏合, 胶黏, 胶粘, 粘接, 黏接, 粘结, 黏结, 接合, 有机硅, 硅油, 聚硅氧烷, PDMS, 环氧树脂, 缩水甘油, 氟, 丙烯酸, 烯基, 双键, 不饱和, 硅, 氢, 加成, 增韧, 韧性, 增塑, 塑化, 二辛酯, 磷酸酯, 大豆油, 邻苯二甲酸酯, adhere, bond, binder, glue, silicone, epoxy, epoxide, glycidyl, fluoro, fluoride, acrylate, vinyl, alkenyl, unsaturated, silicon, Si, hydrogen, hydrosilylation, toughen, plasticize, phosphate, phthalate, soybean, soya

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 101880396 A (HANGZHOU NORMAL UNIVERSITY) 10 November 2010 (2010-11-10) description paragraphs [0001], [0014], [0015]	1-10
Y	CN 107674639 A (FUDAN UNIVERSITY et al.) 09 February 2018 (2018-02-09) description paragraphs [0005], [0009], [0010]	1-10
Y	CN 107142072 A (FUDAN UNIVERSITY et al.) 08 September 2017 (2017-09-08) description, paragraphs [0007]-[0014]	1-10
Y	CN 106675506 A (FUDAN UNIVERSITY) 17 May 2017 (2017-05-17) description, paragraphs [0009]-[0018]	1-10
A	US 2007100043 A1 (SHINETSU CHEM CO LTD) 03 May 2007 (2007-05-03) entire document	1-10
A	JP 02298549 A (SHINETSU CHEM CO LTD) 10 December 1990 (1990-12-10) entire document	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 May 2020

Date of mailing of the international search report

29 May 2020

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2019/112261

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	101880396	A	10 November 2010	CN	101880396	B	23 November 2011
CN	107674639	A	09 February 2018	None			
CN	107142072	A	08 September 2017	None			
CN	106675506	A	17 May 2017	None			
US	2007100043	A1	03 May 2007	JP	2007126496	A	24 May 2007
				EP	1780253	A2	02 May 2007
				EP	1780253	A3	19 December 2007
JP	02298549	A	10 December 1990	JP	H055872	B2	25 January 1993
				US	5120810	A	09 June 1992

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2019/112261

A. 主题的分类

C09J 183/07(2006.01)i; C09J 163/00(2006.01)i; C09J 183/05(2006.01)i; C09J 11/06(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C09J; C08L

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

DWPI; SIPOABS; CNABS; CNTXT; CNKI; ISI Web of Knowledge: 粘合, 黏合, 胶黏, 胶粘, 粘接, 黏接, 粘结, 黏结, 接合, 有机硅, 硅油, 聚硅氧烷, PDMS, 环氧树脂, 缩水甘油, 氟, 丙烯酸, 烯基, 双键, 不饱和, 硅, 氢, 加成, 增韧, 韧性, 增塑, 塑化, 二辛酯, 磷酸酯, 大豆油, 邻苯二甲酸酯, adhere, bond, binder, glue, silicone, epoxy, epoxide, glycidyl, fluoro, fluoride, acrylate, vinyl, alkenyl, unsaturated, silicon, Si, hydrogen, hydrosilylation, toughen, plasticize, phosphate, phthalate, soybean, soya

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN 101880396 A (杭州师范大学) 2010年 11月 10日 (2010 - 11 - 10) 说明书第[0001]、[0014]、[0015]段	1-10
Y	CN 107674639 A (复旦大学等) 2018年 2月 9日 (2018 - 02 - 09) 说明书第[0005]、[0009]、[0010]段	1-10
Y	CN 107142072 A (复旦大学等) 2017年 9月 8日 (2017 - 09 - 08) 说明书第[0007]-[0014]段	1-10
Y	CN 106675506 A (复旦大学) 2017年 5月 17日 (2017 - 05 - 17) 说明书第[0009]-[0018]段	1-10
A	US 2007100043 A1 (SHINETSU CHEM CO LTD) 2007年 5月 3日 (2007 - 05 - 03) 全文	1-10
A	JP 02298549 A (SHINETSU CHEM CO LTD) 1990年 12月 10日 (1990 - 12 - 10) 全文	1-10

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2020年 5月 21日

国际检索报告邮寄日期

2020年 5月 29日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局(ISA/CN)

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

授权官员

郝健

电话号码 (86-10)62084445

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2019/112261

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
CN	101880396	A	2010年 11月 10日	CN 101880396 B	2011年 11月 23日
CN	107674639	A	2018年 2月 9日	无	
CN	107142072	A	2017年 9月 8日	无	
CN	106675506	A	2017年 5月 17日	无	
US	2007100043	A1	2007年 5月 3日	JP 2007126496 A	2007年 5月 24日
				EP 1780253 A2	2007年 5月 2日
				EP 1780253 A3	2007年 12月 19日
JP	02298549	A	1990年 12月 10日	JP H055872 B2	1993年 1月 25日
				US 5120810 A	1992年 6月 9日