

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C08G 18/66

C08K 3/10 G11B 5/00

//C08K 3/00, 3 : 08,

3 : 22, 3 : 36



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 94105503.5

[45] 授权公告日 2004 年 6 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 1152072C

[22] 申请日 1994.5.13 [21] 申请号 94105503.5

[30] 优先权

[32] 1993.6.15 [33] US [31] 076896

[71] 专利权人 国际商业机器公司

地址 美国纽约

[72] 发明人 理查德·莱昂内尔·布拉德肖

审查员 郭 俭

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

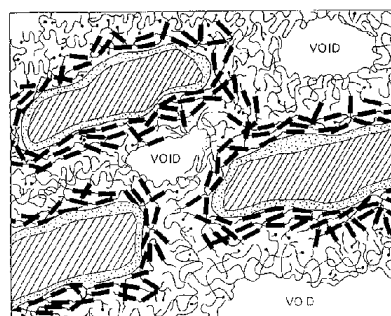
代理人 任宗华

权利要求书 3 页 说明书 18 页 附图 5 页

[54] 发明名称 含无机填料的高分子组合物及其应
用和制备方法

[57] 摘要

提供一种包含无机填料和粘合剂组分的组合物，该粘合剂组分含有一种玻璃态聚合物和一种橡胶态聚合物。该玻璃态聚合物与填料接触并把填料包封起来。这种组合物用于制造柔性磁记录体和耐磨制品特别有效。



金属核心 氧化物表面层 (或附部位)
玻璃态聚合物 橡胶态聚合物
• 交联性官能团

1. 一种组合物，该组合物包含：

A) 一种无机填料，该无机填料含有吸附部位，该吸附部位是水合的氧化物部位和/或未水合的氧化物部位，以及

B) 一种粘合剂组分，其中该粘合剂组分的特征在于包含：

1) 一种玻璃态聚合物，该聚合物的玻璃化温度为至少 60℃，并具有能与该填料表面上的吸附部位相互作用的极性基团；以及

2) 一种橡胶态聚合物，该聚合物具有极性基团并与该玻璃态聚合物相混溶，其中该玻璃态聚合物和该橡胶态聚合物的相对用量，根据组合物中该玻璃态聚合物和该橡胶态聚合物的总量计算，该玻璃态聚合物为 50% - 80% (重量)，相应地该橡胶态聚合物为 20% - 50% (重量)，

该组合物特征在于，该无机填料和该粘合剂组分的相对用量，根据组合物中该无机填料和该粘合剂组分的总量计算，该无机填料为 35% - 60% (体积)，相应地该粘合剂组分为 65% - 40% (体积)，其制法是将无机填料与玻璃态聚合物和含挥发性极性有机溶剂的有机稀释剂配制组成预混合料，然后加入橡胶态聚合物，以及提供该玻璃态聚合物不溶解于其中的一种高沸点稀释剂，使得其中所述玻璃态聚合物吸附并包封该无机填料，玻璃态聚合物与橡胶态聚合物相互缠结。

2. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物的玻璃化温度为至少 80℃。

3. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物的玻

璃化温度为 $80^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$ 。

4. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物在聚合物主链中含有至少 10 摩尔 % 该极性基团。

5. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物在聚合物主链中含有不多于 60 摩尔 % 的该极性基团。

6. 权利要求 4 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物含有少于 2 摩尔 % 的侧链官能度。

7. 权利要求 4 的组合物，其特征在于，该玻璃态聚合物含有不多于 10 % (重量) 的交联部位。

8. 权利要求 1 的组合物，其中该玻璃态聚合物的分子量 M_w 小于 60,000，其 M_n 大于 5,000。

9. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该橡胶态聚合物的主链中含有 2 % - 20 % (摩尔) 的极性基团，其分子量 M_w 小于 50,000，其 M_n 大于 5,000。

10. 权利要求 1 的组合物，其特征在于，该橡胶态聚合物是一种聚氨酯。

11. 权利要求 1 的组合物，其特征在于该无机填料和该粘合剂组分的相对用量，根据组合物中该无机填料和该粘合剂组分的总体积计算，该无机填料为 40 % - 50 % (体积)，相应地该粘合剂组分为 60 % - 50 % (体积)。

12. 权利要求 1 的组合物在一种柔性磁记录体中的应用，该记录体由一种用权利要求 1 的组合物涂敷的柔性基体组成，其特征在于，该无机填料包含铁磁性颜料。

13. 权利要求 12 的应用，其特征在于，该填料的表面积为至

少 $40\text{M}^2/\text{g}$ 。

14. 权利要求 13 的应用，其特征在于，该填料含有铁，氧化铁，磁性铁氧体，经钴改性的氧化铁，或它们的混合物。

15. 权利要求 1 的组合物在一种耐磨制品中的应用，该制品包含权利要求 1 的组合物，其特征在于该无机填料包含耐磨颗粒。

16. 权利要求 1 的组合物的制备方法，其特征在于，配制一种由无机填料，玻璃态聚合物和一种含挥发性极性有机溶剂的有机稀释剂组成的预混合料，其中该预混合料含有 2% - 20%（重量）的该玻璃态聚合物，和 20% - 50%（重量）的该填料；把该预混合料和橡胶态聚合物混合；在该组合物中配有一种高沸点稀释剂，其用量足以提供一种由 70% - 90%（重量）的该挥发性极性有机溶剂，相应地 10% - 30%（重量）的该辅助稀释剂组成的稀释剂混合物；且其中该高沸点稀释剂是该玻璃态聚合物的非溶剂；从而导致该玻璃态聚合物吸附到该无机填料上并与该填料上的吸附部位相互作用，借此把该填料包封起来，并在该玻璃态聚合物的母料中使该橡胶态聚合物相互缠结。

17. 权利要求 16 的方法，其特征在于，该挥发性极性有机溶剂的沸点低于 90°C ，且该高沸点稀释剂的沸点高于 90°C 。

含无机填料的高分子组合物及其应用和制备方法

本发明涉及用无机填料增强的高分子组合物，以及该组合物的用途，尤其是制造柔性磁记录体和耐磨制品。更具体地说，本发明的组合物提供一种强韧的，有粘结力的，拉伸模量高的涂层。按照本发明，使用一种含玻璃态树脂和橡胶态聚合物的聚合物组分，其中玻璃态树脂与无机填料接触并把它包封起来。

在制造带填料的合成高分子组合物中使用着各种类型的粘合材料。其中某些合成高分子组合物已经被用来制造柔性磁记录体。另一个重要的用途，特别从商业观点看，涉及制造耐磨制品。在上两个使用范围内，无机填料和粘合剂之间的相互作用能影响最终组合物特定的性能，因此能够影响实际应用的适用范围。这是特别重要的，因为磁记录体和耐磨制品应用中都使用高填充量的填料，这就有必要使填料颗粒与粘合剂之间具有强相互作用。

另外，高密度记录体要求所制作的磁带涂层含有越来越小的磁粉颗粒。而当前的粘合剂系统不能满足最佳的粘合剂-填料相互作用和涂层的力学要求。实际上当前的粘合剂系统在记录体接触面上产生超量的碎屑和沾染物。例如，目前已经很难使一种常用的粘合剂当用稳定化的金属铁颗粒或氧化铝颗粒填充时达到有效的增强，这些填充料一般包含金属铁或其他非耐磨颗粒体例如磁头洗净剂。另外，由于与这些颗粒上的氧化物保护层缺乏有效的化学相互作用，结果看来，不

仅很容易受颗粒来源和品种的影响，而且就金属铁粉来说还很容易受同一批物料内性能偏移的影响。

实际上，与二氧化铬颗粒相比，铁和类似颗粒与各种粘合剂的相互作用是非常小的。例如，和二氧化铬颗粒一起使用时相当适合的聚氨酯，如果用作铁和氧化铁颗粒的粘合剂就是不合格的。

本发明能够克服伴随先有技术配方的问题，尤其是关于填料和高分子组分之间的强韧性，粘结牢固性和粘着性。特别是本发明涉及一种由无机填料和粘合剂组分组成的组合物。

按照本发明使用的粘合剂组分包含一种玻璃态聚合物和一种橡胶态聚合物。玻璃态聚合物的玻璃化温度至少为约 60°C 。玻璃态聚合物还具有能与无机填料表面吸附部位相互作用的极性基团。

所用的橡胶态聚合物具有极性基团，并可与玻璃态聚合物相混溶。

玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的相对用量根据玻璃态聚合物和橡胶态聚合物总量计算，玻璃态聚合物约 50% - 约 80% (重量)，相应地橡胶态聚合物约 20% - 约 50% (重量)。

无机填料和粘合剂组分的相对用量，填料组分约 35% - 60% (体积)，最好是约 40% - 约 50% (体积)，相应地粘合剂组分约 65% - 约 40% (体积)，最好是约 50% - 约 40% (体积)。

玻璃态聚合物与无机填料接触并把它包封起来。

本发明还涉及一种磁记录体，该记录体由一种涂有上述组合物的基体组成，其中该无机填料包含铁磁性颜料。

本发明的另一种形态涉及由上述组合物制成的耐磨制品，其中无机填料含有耐磨颗粒。

本发明的又一种形态涉及上述组合物的制备方法。特别是由下列步

骤组成的制备方法：

配制一种由无机填料，上述玻璃态聚合物，和含挥发性极性有机溶剂的有机稀释剂组成的预混合料，然后向该预混合料中添加上述橡胶态聚合物；和

在该组合物中提供该玻璃态聚合物不溶解于其中的一种高沸点稀释剂，从而导致该玻璃态聚合物吸附到无机填料上并与填料上的吸附部位相互作用，借此把该填料包封起来，其中该橡胶态聚合物在该玻璃态聚合物母料中相互缠结。

本发明的再一种形态涉及用上面公开的制备方法获得的组合物。

图1具体说明本发明组合物的拉伸储能模量与温度的关系曲线，并与本发明范围之外的一种组合物相比。

图2具体说明本发明组合物的拉伸损耗模量与温度的关系曲线，并与本发明范围之外的一种组合物相比。

图3具体说明本发明组合物使用不同的溶剂的拉伸储能模量与温度的关系曲线。

图4具体说明本发明组合物的损失拉伸弹性模量与温度的关系曲线，使用不同的溶剂。

图5是本发明组合物的一种示意图。

本发明的组合物由一种无机填料和一种粘合剂组分组成。无机填料和粘合剂组分的相对用量，无机填料约35%—约60%（体积），最好是约40%—约50%（体积），相应地粘合剂组分约65%—约40%（体积），最好是约50%—约40%（体积）。上述用量是根据组合物中填料和粘合剂组分的总体积计算的。

如果该组合物是用于制造磁记录体，则所用的典型填料是铁磁性

颗粒，包括金属铁，氧化铁，用钴改性的氧化铁，以及磁性铁氧体诸如铁酸钡，和它们的混合物。另外，该填料可包括少量的，诸如约 10%（重量）以下的，更具有代表性的是，如果存在时，可包括约 2% - 约 5% 的非磁性颗粒诸如氧化铝，氧化锆，二氧化硅和碳。填料最好是高表面积颗粒诸如表面积为至少约 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ ，最好是约 $40 \text{ m}^2/\text{g}$ - 约 $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 的填料。某些填料诸如碳和二氧化硅的表面积可以特别高诸如高达约 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

就耐磨制品来说，所用的耐磨粒料包括氧化铝，碳化硅，碳化硼，刚玉，石榴石，金钢砂和它们的混合物。粒料的粒度属于美国标准局规定的普通级。这些耐磨材料及其在特定作业中的应用是本行业的人熟悉的，本发明设计的耐磨制品中对此没有给以改动。另外，在制备耐磨制品时无机填料可以同耐磨粒料一道使用。常用的是，至少约 85% 的无机填料的平均粒度不大于 200 目。更常用的是，至少约 95% 的无机填料的平均粒度不大于 200 目。有些无机填料包含冰晶石，萤石，二氧化硅等。如果无机填料同耐磨粒料一道使用，通常用量为耐磨粒料和无机填料总重量的约 1% - 约 30%（重量）。

按照本发明所用的无机填料含有吸附部位，通常是未水合的氧化物部位和/或水合的氧化物部位，玻璃态聚合物与这些部位相互作用。

所用的粘合剂组分包含一种玻璃态聚合物和一种橡胶态聚合物。玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的相对用量为玻璃态聚合物约 50% - 约 80%（重量），最好是约 50% - 约 60%（重量），相应地橡胶态聚合物约 20% - 约 50%（重量），最好是约 40% - 约 50%（重量）。上述用量是根据粘合剂组分中玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的重量计算的。

按照本发明所用的玻璃态聚合物的玻璃化温度至少必须是约 60°C ，较好是至少约 80°C ，最好是约 80°C - 约 100°C 。这里的玻璃化温度，象本行业的人熟悉的那样，是指主要的或者占优势的玻璃化温度。另外，玻璃态聚合物必须含有能与填料上的吸附部位相互作用的极性基团。通常，玻璃态聚合物在聚合物主链中含有至少约 10 摩尔% 极性基团。通常，玻璃态聚合物在聚合物主链中含有不多于约 60 摩尔% 极性基团。此外，玻璃态聚合物还可以包含少于约 2 摩尔% 的侧链或支链官能度。合适的极性基团的例子是酯基，腈基，氨基，羧基（即 COOH ），磺酸基和磷酸基。磺酸基磷酸基团包括酸以及它们的碱金属和 $\text{C}_1 - 4$ 烃的衍生物。

合适的玻璃态聚合物的例子是烯属不饱和单体或炔属不饱和单体的聚合物，诸如来自下列单体的聚合物及其共聚物：乙酸乙烯酯；氯乙烯；丙烯酸；甲基丙烯酸；包括丙烯酸烷基酯在内的丙烯酸酯，诸如丙烯酸乙酯，丙烯酸甲酯，和丙烯酸丁酯；丙烯酸缩水甘油酯；和丙烯酸羟烷基酯，诸如丙烯酸羟乙酯和丙烯酸羟丙酯；包括甲基丙烯酸烷基酯在内的甲基丙烯酸酯，诸如甲基丙烯酸甲酯；甲基丙烯酸乙酯和甲基丙烯酸丁酯；甲基丙烯酸缩水甘油酯；和甲基丙烯酸羟烷基酯，诸如甲基丙烯酸羟乙酯，和甲基丙烯酸羟甲酯；烯丙基醇，烯烃诸如乙烯，丙烯和丁烯；苯乙烯；丙烯腈。适合于用作玻璃态聚合物的还有：环氧丙烯酸酯或环氧甲基丙烯酸酯反应产物（例如，单烯属不饱和羧酸和双酚 A - 二缩水甘油醚环氧化物的反应产物；丙烯酸聚氨酯反应产物；聚碳酸酯；苯氧基聚合物；酚醛树脂诸如苯酚 - 甲醛聚合物；和纤维素类聚合物，诸如醋酸纤维素和硝酸纤维素。

另外，玻璃态聚合物可以是聚醚聚氨酯，聚酯聚氨酯，或聚碳酸

酯聚氨酯。在这种情况下极性基团主要是碳酸基和酯基。适合于用作玻璃态聚合物的典型的聚氨酯与下面公开的用作橡胶态聚合物的聚氨酯是同样的，只是硬链段的含量达到这样的程度，以致玻璃化温度是至少约 60°C ，並通常含有约 50% - 约 65% 硬链段。

此外，按照本发明所用的玻璃态聚合物的分子量 (M_w) 要小于约 $60,000$ ，其 M_n 要大于约 $5,000$ 。而且，为了保证例如磁头间隙金属免遭腐蚀，所用的聚合物最好不含氯或氯化物基团，因为这类基团会导致脱去卤化氢而接着发生腐蚀。因此在这种情况下最好不使用氯乙烯聚合物。

如果需要，玻璃态聚合物可以是能固化的，诸如用一种异氰酸酯，环氧基进行化学固化和/或用例如电子束或光化射线进行辐射固化。如果玻璃态聚合物是能固化的，其交联部位的含量不应多于玻璃态聚合物的 10 摩尔%，最好不多于 5 摩尔%，最好在约 2 摩尔% 范围以内。业已发现，交联部位过多会把填料上的应力提高到不希望有的程度，因而往往会脱离填料表面。

按照本发明所用的橡胶态聚合物也必须含有极性基团並能与玻璃态聚合物相混溶。橡胶态聚合物上典型的极性基团是氨基甲酸基，酯基，羟基和羧基，最好是氨基甲酸基。橡胶态聚合物可以是聚醚聚氨酯，聚酯聚氨酯，或聚碳酸酯聚氨酯，该橡胶态聚合物的分子量 (M_w) 最好小于约 $50,000$ ，其 M_n 大于约 $5,000$ 。橡胶态聚合物的主链中通常含有约 2% - 约 20 摩尔% 的极性基团。橡胶态聚合物还可含有少于 2 摩尔% 侧链官能度。

通常，橡胶态聚合物的玻璃化温度为约 50°C 或稍低，更典型的是约 -40°C - 约 50°C ，最好是约 0°C - 约 50°C 。另外，橡胶态

聚合物的交联部位含量可在约10摩尔%范围以内；较好是在约5摩尔%以内，更好是在约2摩尔%范围以内。

聚氨酯是水解稳定的并含有硬链段和软链段，如US 4,525,424和4,568,611所述，其公开内容编列于此以供参考。而且该聚氨酯含有约20%—40%硬链段，其软链段的分子量为约800—约4000。典型的热塑性聚氨酯是下列物料的反应产物：

(A) 一种端羟基聚醚，端羟基聚碳酸酯，或端羟基聚酯。该端羟基聚醚，聚酯和聚碳酸酯的羟值为约50—约260；

(B) 一种二元醇增链剂（通常是1,4-丁二醇；1,3-丁二醇；1,5-戊二醇；1,6-己二醇；和2,5-己二醇，以及1,4-丁二醇和1,6-己二醇的混合物），以便使聚酯和增链剂一起的羟值为约130—约350；以及

(C) 一种芳族二异氰酸酯（4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）是常用的）。另外，组分(A)，(B)以及(C)的用量比例是能产生一种硬链段含量为约20%—40%（重量）的聚氨酯。

典型的端羟基聚酯是一种水解稳定的双官能醇和二羧酸的反应产物。常用的双官能醇是1,4-环己烷二甲醇， ϵ -己内酰胺和2,3-二甲基1,3-丙二醇。常用的二羧酸是己二酸，壬二酸，1,12-十二烷二酸，辛二酸，十一烷二酸和癸二酸。

在下文表I中举出一些合适的玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的具体例子，及其某些性能的讨论，此外，具体的玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的选定工作也可由本行业的人在知道上面公开的聚合物参数，和无需过多实验的要求条件以后完成。因此，这种工作没有必要在此

详述。

另外，象技术上已知的那样，该组合物可包含一些辅助组分诸如润滑剂，分散剂以及其它次要添加剂。

本发明成功的关键是玻璃态聚合物与无机填料表面上的吸附部位相互作用，以使聚合物与无机填料接触并把它包封起来。为了完成这个任务，在预混合料中规定得有上述玻璃态聚合物，无机填料和一种含有挥发性极性有机溶剂的有机稀释剂。该挥发性极性溶剂的沸点通常低于 90°C ，而且能够分散无机填料和玻璃态聚合物。常用的挥发性极性溶剂包括丙酮，丁酮，最好是四氢呋喃。如果需要，该有机稀释剂还可含有一种玻璃态聚合物不溶解于其中的辅助高沸点稀释剂。但是，该有机稀释剂所含的高沸点辅助稀释剂不应多于 20% (重量)。这种高沸点稀释剂的沸点高于 90°C ，包括高沸点酮类，诸如甲基异丁基酮，醋酸酯类诸如乙酸戊酯和乙酸乙酯，烃类，包括辛烷，异辛烷和癸烷，以及芳族溶剂诸如二甲苯和甲苯。辅助稀释剂是玻璃态聚合物的非溶剂但可以是橡胶态聚合物的不完全溶剂。低挥发性极性溶剂比辅助稀释剂对玻璃态聚合物来说是更好的溶剂。

如果在玻璃态聚合物和/或橡胶态聚合物中存在着可固化部位，这些部位应优先在辅助稀释剂上析相，以便随后在玻璃态区和橡胶态区之间发生交联作用。

预混合料通常含有约 20% - 约 50% (重量) 无机填料，和约 2% - 约 20% (重量) 玻璃态聚合物，剩余部分为有机稀释剂，如果需要，可含有辅助添加剂。把预混合料搅拌为的是不使其中的无机填料破坏。

把橡胶态聚合物和预混合料合并在一起。另外，添加辅助稀释剂

以提供一种稀释剂混合物，该混合物含有约70% - 90%（重量）挥发性极性溶剂，相应地约10% - 约30%（重量）辅助溶剂。在把组合物涂敷到基体上时，一当挥发性溶剂挥发，导致玻璃态聚合物吸附到无机填料上并与无机填料上的吸附部位相互作用从而把填料包封起来。同时，由于橡胶态聚合物在高沸点辅助稀释剂中是可溶的或至少是可溶胀的，这样能吸收溶剂挥发而干燥产生的应力，不致破坏颗粒/玻璃态树脂的界面。通过控制析相和复合材料的形态，形成一种强韧的，有粘结力的，拉伸模量高的涂层。通过使被硬相包封的填料与橡胶相组分结合以形成一种增强橡胶型力学响应特性曲线，使玻璃态树脂被制成一种有粘结力的柔性涂层。橡胶态聚合物变得与玻璃态树脂相互缠结起来。此外取决于玻璃态树脂和橡胶态聚合物的化学性质，在上两者之间还会有一些交联。图5用示意图说明按照本发明的填充补强的构型。

如果提供一种柔性磁记录体时，常用的基体是一种柔性基体，诸如聚对苯二甲酸乙二醇酯来制造记录磁带。

提出下列非限制性实施例来进一步具体说明本发明。特别是，表I提供一些适用于本发明的玻璃态聚合物和橡胶态聚合物的具体例子。对照实施例1具体说明一种成分和分量与实施例2相同的组合物，只是它不是按照本发明使玻璃态聚合物和无机填料制成预混合料的方法制备的，因此并不具有和按照本发明获得的相同的最终组合物构型。在实施例1和2中，所用的玻璃态聚合物VCAR VROH，橡胶态聚合物是Estane 5706。图1和2分别表明拉伸储能模量和拉伸损耗模量与温度的关系曲线，清楚地举例证明本发明获得的重大的改进结果。

特别是，通过本发明的方法获得的玻璃化温度明显高于本发明范围之外获得的玻璃化温度。同样地，通过本发明的方法获得的力学响应也更能够反映出经橡胶增强的高分子组合物的特征。

实施例3具体说明本发明使用甲基异丁基酮或甲苯的组合物和拉伸储能模量与温度的关系曲线以及拉伸损耗模量与温度的关系曲线（分别示于图3和图4中）。所用的玻璃态树脂是VCAR VROH，所用的橡胶态聚合物是Estane 5706。

下面实施例4具体说明本发明中填料是氧化铝的组合物。所用的玻璃态树脂是VAGH，所用的橡胶态聚合物是Estane 5706。

表Ⅲ具体说明各种各样的组合物，以及按照实施例3提供的力学性能的讨论。

表Ⅳ具体说明各种各样的组合物，以及按照实施例4提供的力学性能的讨论。

表 I
实例树脂性质

橡胶态树脂组分 聚合物类型	商标	分子量 (Mn)	T _g °C
非官能化树脂 聚醚聚氨酯 聚酯聚氨酯	Estane 5714	30,000	-47
	Morthane CA 250	36,000	12
	Estane 5701	40,000	-6
	Estane 5706	38,000	48
	Morthane CA 371	45,000	35
	Estane 5788	32,000	16
聚碳酸酯聚氨酯			
官能化树脂 聚酯聚氨酯 (-PO ₂ 基)			
	Expt Resin X78	16,000	16
	Expt Resin X82	8,000	18
(-CO ₂ 基)			
	Morthane CA 328	20,000	26
	Expt Resin X92	45,000	16

T_g 用拉伸储能模量(E')曲线图的起始来测定,该曲线是用一种加金属铁填料的涂层(74—78%(重量))经动态力学分析测出的。

Morthane 是 Morton—Thiokol 公司的一种商标。

Estane 是 B. F. Goodrich 公司的一种商标。

UCAR 是 Union Carbide 公司的一种商标。

表 I

实例树脂性质(续)

玻璃态树脂组分 聚合物类型	商标	分子量(Mn)	T _g =°C
聚(氯乙烯)	Geon 27	20,000	55
聚(氯乙烯—乙酸乙烯酯— 乙烯醇)	UCAR VAGH	40,000	68
聚(氯乙烯—乙酸乙烯酯— 丙烯酸羟乙酯)	UCAR VAGF	35,000	66
	UCAR VROH	8,000	60
苯氧基聚碳酸酯	Phenoxyl PKHH	30,000	88
硝化纤维素	Hercules RS 5-6	35,000	66
聚酯—聚氨酯	Expt Resin X90	7,000	68

T_g 用拉伸储能模量(E')曲线图的起始来测定,该曲线是用一种加金属铁填料的涂层(74—78%(重量))经动态力学分析测出的。

Morthane 是 Morton—Thiokol 公司的一种商标。

Estane 是 B. F. Goodrich 公司的一种商标。

UCAR 是 Union Carbide 公司的一种商标。

对照实施例1 玻璃态及橡胶态树脂共混物

7.4% 金属铁 18%粘合剂(%(重量))

a. 混合浆料:

成分	重量(g)
金属铁粉	29.4
炭黑	1.2
磷酸酯分散剂	1.7
四氢呋喃	72.4
甲基异丁酮	24.5

添加软粘合剂及润滑剂之前,料浆在 50ml Eiger 磨机(氧化锆磨剂)中磨 1 小时。

b.

粘合剂/润滑剂混合溶液:

成分	重量(g)
橡胶态聚合物(聚酯-聚氨酯)	3.5
玻璃态聚合物(乙烯基树脂)	3.5
脂肪酸酯润滑剂	0.7
四氢呋喃	20.4
甲基异丁基酮	6.8

料浆及粘合剂在磨机中混合并在 50ml Eiger 磨机中磨 1 小时以制出最终油墨状体(22%固含量),该油墨状体用于制造单片的磁盘及磁带。

实施例2 玻璃态树脂预研磨法

7.4% 金属铁 18% 粘合剂(%(重量))

a. 混合料浆:

成分	重量(g)
金属铁粉	29.4
炭黑	1.2
玻璃态聚合物 (乙烯基树脂)	3.5
磷酸酯分散剂	1.7
四氢呋喃	72.4
甲基异丁基酮	24.5

添加橡胶态粘合剂之前料浆在 50ml Eiger 磨机 (氧化锆磨剂)

中磨 1 小时

b.

粘合剂/润滑剂混合溶液:

成分	重量(g)
橡胶态聚合物(聚酯-聚氨酯)	3.5
脂肪酸酯润滑剂	0.7
四氢呋喃	20.4
甲基异丁基酮	6.8

料浆及粘合剂在磨机中混合, 并在 50ml Eiger 磨机中磨 1 小时以制出最终油墨状体 (22% 固含量), 该油墨状体用于制造单片的磁盘及磁带。

实施例3 优选的溶剂法

74%金属铁 18%粘合剂(%(重量))

a. 混合料浆:

成分	重量 (g)
金属铁粉	29.4
炭黑	1.2
玻璃态聚合物(乙烯基树脂)	3.5
磷酸酯分散剂	1.7
四氢呋喃	72.4

添加橡胶态粘合剂之前,料浆在50ml Eiger 磨机(氧化锆磨剂)中磨1小时。

b. 粘合剂/润滑剂混合溶液:

成分	重量(g)
橡胶态聚合物(聚酯-聚氨酯)	3.5
脂肪酸酯润滑剂	0.7
四氢呋喃	20.4
甲基异丁基酮或者甲苯	31.0

料浆及粘合剂在磨机中混合,并在50ml Eiger 磨机中磨1小时以制出最终油墨状体(22%固含量),该油墨状体用于制造单片的磁盘及磁带。

实施例 4

氧化铝分散剂研磨

76% 氧化铝, 20% 粘合剂(%(重量))-(50/50 硬/软)

a. 混合料浆:

成分	重量(g)
氧化铝粉	43.5
玻璃态聚合物(乙烯基树脂)	6.0
磷酸酯分散剂	1.3
四氢呋喃	50.3
甲基异丁基酮或者甲苯	17.0 gm or 0.0

添加粘合剂及溶剂之前, 料浆在 50ml Eiger 磨机(氧化锆磨剂)中磨40分钟。

b. 粘合剂/润滑剂混合溶液:

成分	重量(g)
橡胶态聚合物(聚酯-聚氨酯)	6.0
四氢呋喃	50.9
甲基异丁基酮或者甲苯	24g 或者 17.0g

料浆及粘合剂在磨机中混合, 并在 50ml Eiger 磨机中磨1小时以制出最终油墨状体(22%固含量), 该油墨状体用于制造单片的磁盘及磁带用于力学分析。

表 III

含无机填料的玻璃态/橡胶态聚合物树脂共混物的力学分析

	拉伸储能模量 E'(GPa)		Tg°C (起始)
	20°C	50°C	
填充 76%金属铁粉			
UCAR VAGH/Estane 5706			
30/70 wt. %	2.2	2.0	55
50/50 wt. %	3.1	2.7	56
70/30 wt. %	2.6	2.3	60
UCAR PKHH/Estane 5706			
30/70 wt. %	2.8	2.6	54
50/50 wt. %	3.6	2.8	58
70/30 wt. %	3.4	3.0	52
Exp X90/Morthane CA 371			
30/70 wt. %	2.4	2.0	42
50/50 wt. %	2.9	2.6	53
70/30 wt. %	2.6	2.4	58
Exp X90/Estane 5706			
30/70 wt. %	2.5	2.2	49
50/50 wt. %	3.2	3.0	56
70/30 wt. %	2.8	2.7	62

用实施例 3 所述方法制膜，全部试样用四氢呋喃(THF)在料浆研磨工序制备，料浆含有甲苯(TOL)或甲基异丁基酮(MIBK)，并添加橡胶态聚合物溶液(当用甲苯作非溶剂在实施例 3 所述 25% 甲苯浓度时，x90 膜严重破裂，但当用 MIBK 作非溶剂时结果相当好)。

表 IV

含无机填料的玻璃态/橡胶态聚合物树脂共混物的力学分析

	拉伸储能模量, E'(GPa)		T _g =C (起始)
	20°C	50°C	
填充氧化铝 76%			
UCAR VAGH/Estane 5706			
30/70 wt. %	2.1	1.6	48
50/50 wt. %	2.6	2.0	56
70/30 wt. %	3.2	2.7	54
UCAR PKHH/Estane 5706			
30/70 wt. %	2.6	2.4	46
50/50 wt. %	3.4	1.5	48
70/30 wt. %	4.0	3.0	50
Exp X90/Morthane CA 371			
30/70 wt. %	1.8	1.1	44
50/50 wt. %	2.6	2.1	52
70/30 wt. %	3.6	3.0	54

用实施例 4 所述方法制膜, 全部试样用四氢呋喃(THF)在料浆研磨工序制备, 料浆含有甲苯(TOL), 并添加橡胶态聚合物溶液。甲苯是玻璃态聚合物相的非溶剂, 高沸点稀释剂。

图 1

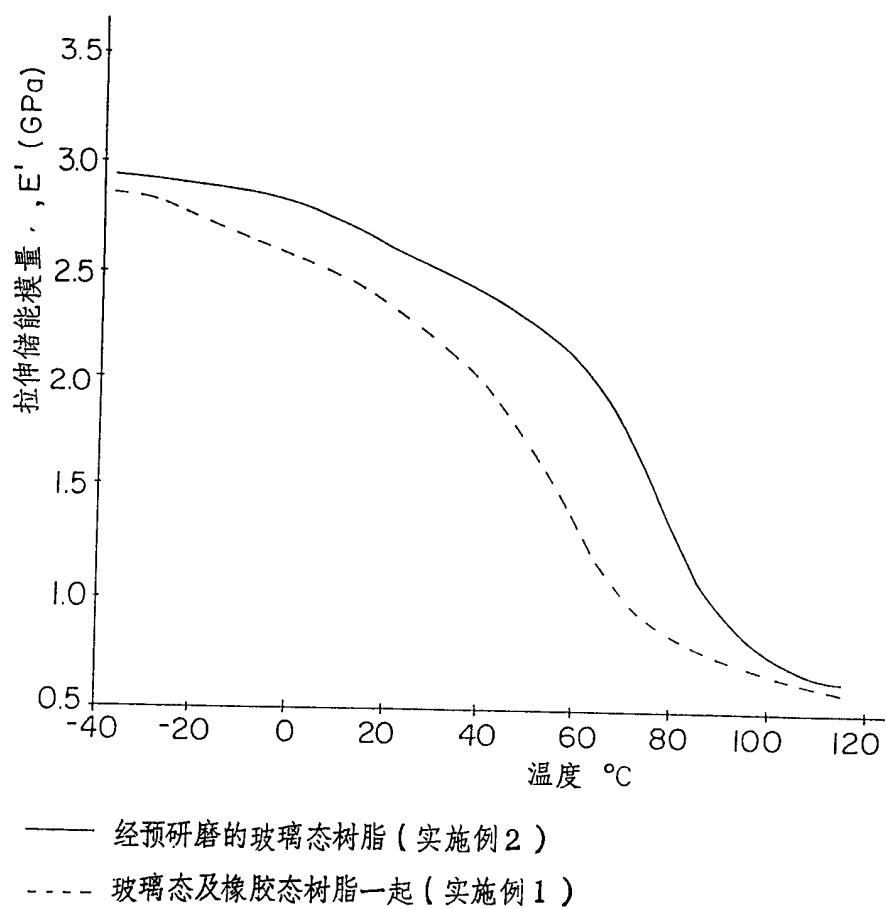


图2

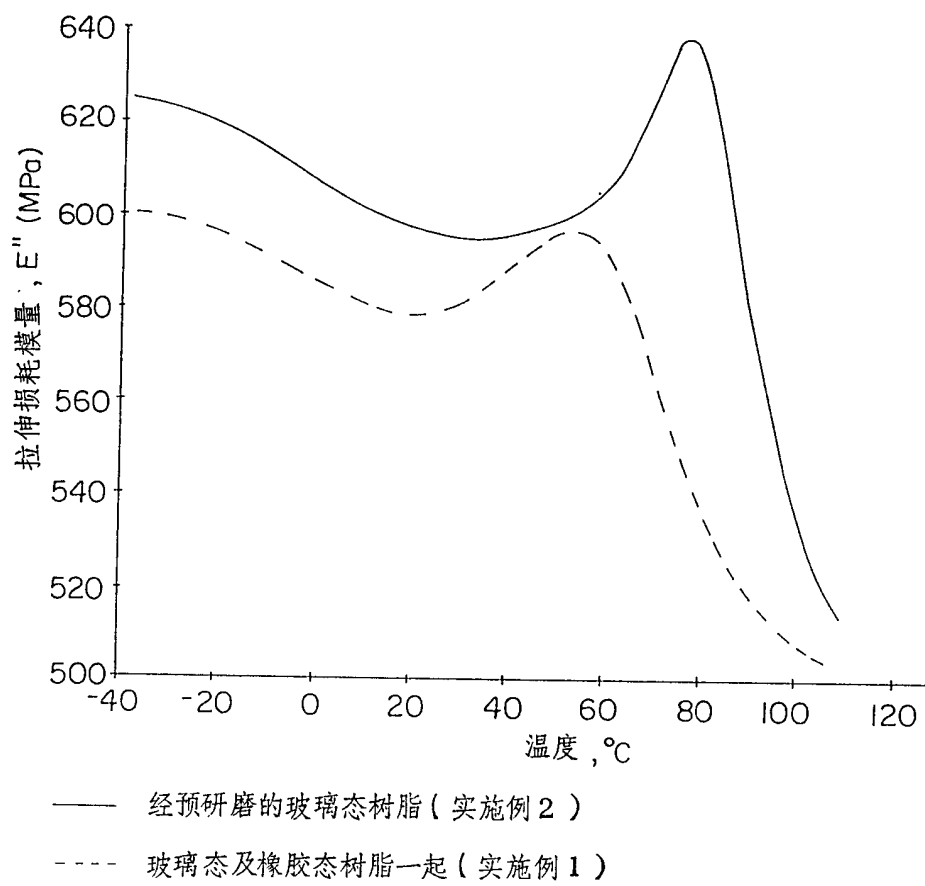
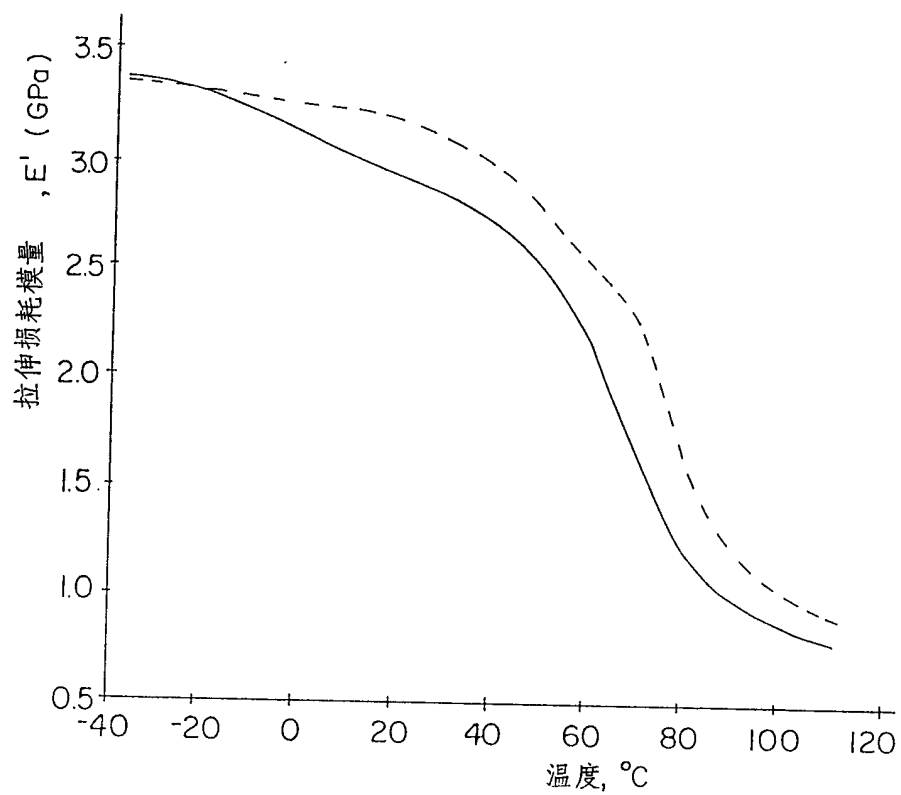


图3



—— 高沸点溶剂 (甲基异丁基酮) (实施例3)

----- 高沸点溶剂 (甲苯) (实施例3)

图4

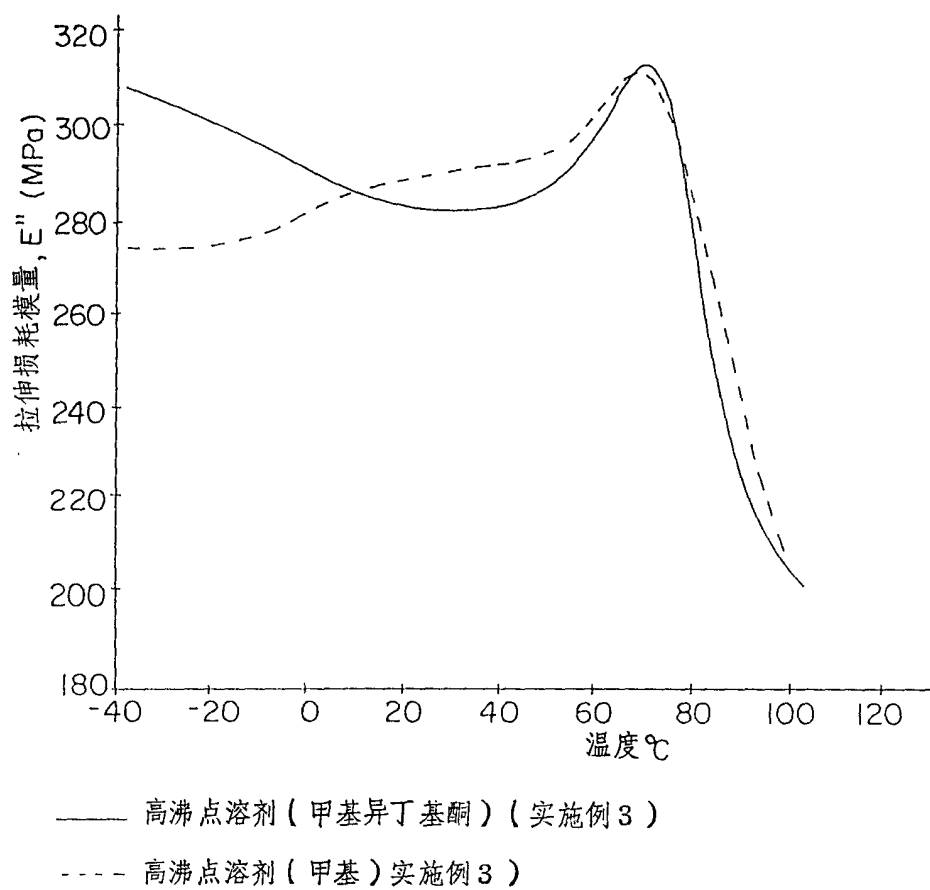
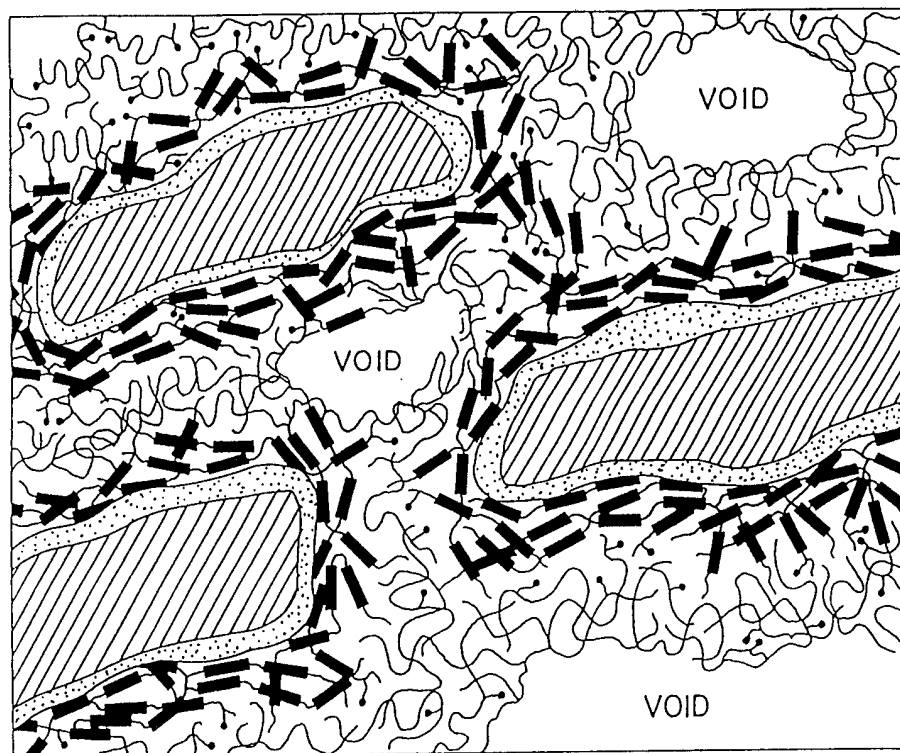


图5



金属铁心

氧化物表面层 (吸附部位)

玻璃态聚合物

橡胶态聚合物

• 交联性官能度