## (19) 中华人民共和国国家知识产权局





# (12) 发明专利申请

(10)申请公布号 CN 102443364 A (43)申请公布日 2012.05.09

- (21)申请号 201110286295. X
- (22)申请日 2011.09.25
- (71)申请人 山西合成橡胶集团有限责任公司 地址 037005 山西省大同市拥军北路 1 号
- (72) 发明人 高文龙 胡维甫 张志刚 张芳
- (74) 专利代理机构 太原晋科知识产权代理事务 所(特殊普通合伙) 14110

代理人 郑晋周

(51) Int. CI.

**CO9J 111/00** (2006. 01)

*CO9J 161/10* (2006. 01)

*CO9J 11/06* (2006. 01)

*CO9J 11/04* (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

#### (54) 发明名称

直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法

#### (57) 摘要

本发明涉及一种氯丁橡胶胶粘剂的制备方法,尤其是直溶型氯丁橡胶胶粘剂的制备方法。原料按照重量比例为:氯丁橡胶9-15.5%;树脂 3.8—4.2%;120#油27.4—28.9%;酮4.4—12.2%;酯类47.2—54.2%;氧化镁0.02%。此工艺合成的氯丁橡胶胶粘剂,粘结强度高、稳定性好、不分层、耐高温、耐低温、价格便宜,不需预制反应液,简化了工艺,减少了操作,节约了时间,提高了效率。

1. 一种直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法,其特征在于:原料按照重量比例为:

氯丁橡胶 9—15.5%;

树脂 3.8—4.2%;

120#油27.4—28.9%;

酮 4.4—12.2%;

酯类 47.2—54.2;

氧化镁 0.02%;

制备工艺步骤如下:将上述原料一次性投入到带搅拌的、密闭的自动反应装置中,在常温下溶解,搅拌速度为200—400转/分,搅拌8—10小时,出料。

- 2. 根据权利要求 1 所述的直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法, 其特征在于: 所述的酯类为乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯等酯类。
- 3. 根据权利要求1所述的直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法,其特征在于:所述酮为丙酮、丁酮。
- 4. 根据权利要求 1 所述的直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法, 其特征在于: 所述树脂为 2402 酚醛树脂。
- 5. 根据权利要求 1 所述的直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法, 其特征在于: 所述氧化镁为煅烧的高活性氧化镁。
- 6. 根据权利要求 1 所述的直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法,其特征在于:其中氯丁橡胶为 CR2441,比例为 6—9. 2%;SN238,比例为 3—6. 3%。

# 直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种氯丁橡胶胶粘剂的制备方法,尤其是直溶型氯丁橡胶胶粘剂的制备方法。

### 背景技术

[0002] 氯丁橡胶胶粘剂是一类用量很大的橡胶胶粘剂,它具有初粘力强、粘结强度高、耐热、耐侯等,具有其它胶粘剂不可替代的特点,用途非常广泛。传统的氯丁橡胶胶粘剂的制备方法是用炼胶机塑炼和混炼胶片,用以剪断分子链,达到破坏聚合物中的凝胶,减少溶液粘度。在混炼过程中加入促进剂,然后再把混炼胶片切成条,在带有搅拌器的封闭容器中溶于溶剂。该方法制造成本和设备投资较大、耗能高、工艺复杂、效率低。随着经济的发展,氯丁橡胶胶粘剂的用量越来越大,而传统的氯丁橡胶胶粘剂多使用单一的氯丁橡胶,且溶剂多使用苯类,对环境造成一定的污染,其质量和性能与国外同类产品还有一定的差距,在实际使用过程中达不到要求,使用受到一定的限制。

[0003] 还有一类胶粘剂,基本上也提出了不使用苯作为溶剂的概念,例如申请号 CN 200410039520. X提供一种氯丁胶粘合剂的新的配方和制备方法。组成及其含重量百分含量如下:2442氯丁橡胶  $16.5 \sim 18.5\%$ 、环戊烷 B 型溶剂  $46 \sim 52\%$ 、甲乙酮  $2 \sim 4\%$ 、醋酸乙酯  $16 \sim 18\%$ 、120 汽油  $3 \sim 5\%$ 、2402 叔丁基酚醛树脂  $7.5 \sim 9.5\%$ 、氧化镁  $1.5 \sim 5.5\%$ 、氧化锌  $0.2 \sim 0.5\%$ 、苯甲酸  $0.03 \sim 0.05\%$ 、水  $0.01 \sim 0.03\%$ 。该技术方案中使用了十种原料,在其性能方面,耐低温性能指标达不到使用要求,且在潮湿环境中使用,其粘结性能变差,从而使用范围和环境受到一定限制。

[0004] 毕业论文,《氯丁橡胶型橡胶粘合剂的生产原理与工艺》化材系 高分子材料与工程专业。一文中也提出了不使用苯作为溶剂,在该文献中,得出木工用氯丁橡胶胶粘剂的最佳配方(质量份)为:氯丁橡胶 100、萜烯 - 酚醛树脂 40、轻质碳酸钙 20、由乙酸乙酯与120 溶剂油质量比 67:33组成的混合溶剂 550,其各项性能指标均能达到行业标准 LY/T 1206—2008"木工用氯丁橡胶胶粘剂"的要求。该方法中还需要加温,且溶解制备时间需要20小时左右。

[0005] 另外一些高档的胶粘剂大多使用进口的氯丁橡胶,成本较高,粘性保持时间短,不耐高温。为此,研制一种新的胶粘剂来弥补现有胶粘剂的缺点显的极为重要。

## 发明内容

[0006] 本发明为了克服现有粘合剂制备技术中存在的缺点,提供一种混合型氯丁橡胶粘合剂的新的配方和制备方法。

[0007] 本发明的是由以下技术方案实现的,一种直溶型氯丁橡胶粘合剂的制备方法,原料按照重量比例为:

氯丁橡胶 9-15.5%;其中(CR2441 6—9.2%;SN238 3—6.3%;)
树脂
3.8—4.2%

120#油27. 4—28. 9%酮4. 4—12. 2%酯类47. 2—54. 2%氧化镁0. 02%。

[0008] 本发明所述氯丁橡胶包括硫改性的氯丁橡胶、硫醇改性的氯丁橡胶或黄原酸改性的氯丁橡胶以及这些橡胶不同比例的并用橡胶。

[0009] 本发明所述的酯类为乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯等脂类,优先使用乙酸乙酯。

[0010] 本发明所述酮类为丙酮、丁酮等,优先使用丁酮。

[0011] 本发明所述树脂为 2402 酚醛树脂。

[0012] 本发明所述氧化镁为煅烧的高活性氧化镁。

[0013] 上述原料中氯丁橡胶为山西合成橡胶集团有限责任公司生产的 CR2441 为特种氯丁橡胶,结晶速度快,内聚力强,具有较高的粘合强度,并具有优良耐气候、耐臭氧、耐油脂和不延燃等特性,用于生产粘合剂的原材料。SN238 型氯丁二烯橡胶门尼粘度较高,突出特点在于极好的内聚能,结晶速度中等,良好的溶解性,能够调节胶粘剂粘性保持时间,提高耐热性。以上均已上市销售,其余为市售常规产品。

[0014] 本发明的复合型氯丁橡胶的制备加工包括以下步骤:

将氯丁橡胶、乙酸乙酯、丁酮、120#油、树脂和氧化镁按所述的比例一次性加入到带有搅拌的自动反应装置中,在常温下直接溶解,搅拌速度为200—400转/分,搅拌8—10小时,出料,检测性能。

[0015] 本发明的优点:

(一)使用国产新型 SN 系列氯丁橡胶制备胶粘剂,对胶粘剂的发展有重要意义。

[0016] (二)不需预制反应液,简化了工艺,减少了操作,节约了时间,提高了效率。

[0017] (三)此工艺合成的氯丁橡胶胶粘剂,粘结强度高、稳定性好、不分层、耐高温、耐低温、价格便宜。

[0018] (四)使用污染较小的溶剂,环境污染小。

[0019] 实施方式:

实施例1

按下列配方投料

原料	质量(g)	百分含量(%)
CR2441	72	9. 06
SN238	24	3. 02
2402 树脂	32	4. 03
120#油	214	26. 92
丁酮	92. 7	11.66
乙酸乙酯	360	45. 3
氧化镁	0. 16	0.02

将上述原料一次性加入到带有搅拌的自动反应装置中,在常温下溶解,搅拌速度为200—400转/分,搅拌8—10小时,出料。检测胶粘剂的性能。

[0020] 实施例 2

按下列配方投料

J	原料	质量(g)	百分含量(%)	١
---	----	-------	---------	---

CR2441	48	6. 04
SN238	48	6.04
2402 树脂	32	4. 03
120#油	209	26. 32
丁酮	52	6. 55
乙酸乙酯	405	50. 98
氧化镁	0. 16	0.02

将上述原料一次性加入到带有搅拌的自动反应装置中,在常温下溶解,搅拌速度为200—400转/分,搅拌8—10小时,出料。检测胶粘剂的性能。

### [0021] 实施例3

按下列配方投料

原料	质量(g)	百分含量(%)
CR2441	48	6. 04
SN238	48	6. 04
2402 树脂	32	4. 02
120#油	220	27.8
丁酮	33	4. 17
乙酸乙酯	413	52
氧化镁	0. 16	0. 02

将上述原料一次性加入到带有搅拌的自动反应装置中,在常温下溶解,搅拌速度为200—400转/分,搅拌8—10小时,出料。检测胶粘剂的性能。

### [0022] 实施例 4

按下列配方投料

原料	质量(g)	百分含量(%)
CR2441	24	3. 02
SN238	72	9. 06
2402 树脂	32	4. 03
120#油	214	26. 92
丁酮	92. 7	11.66
乙酸乙酯	360	45. 3
氧化镁	0. 16	0.02

根据胶粘剂相关标准制样测试胶粘剂的性能:

项目 实例	粘度 25℃ mpa.s	剥离强度 (10min) KN/m	列高强度 (5h) KN/m	刺离强度 (10h)KN/m	耐低温 -25℃/h	耐高温化
实例1	1100	0.2	不粘	3.8	48	75
实例 2	980	0.2	0.3	3.4	48	98
实例 3	950	0.2	0.3	3.3	48	90
实例4	965	0.2	0.3	3.3	48	120

上表中,10min 和 5h 剥离强度的测试方法:涂膜后让膜层在室温下分别干燥 10min 和 5h 后再粘结,然后测试其剥离强度;耐低温测试方法:把胶粘剂置于 -25℃的油浴中测试其耐低温;耐高温测试方法:将涂有胶粘剂的帆布置于烘箱中烘烤测试其耐高温性。而且本发明所述方案所制得的胶粘剂可以克服潮湿环境中的不粘现象,粘度随时间的增加不变。