

大间隙高强度胶粘剂在粘接石英陶瓷与低膨胀合金中的应用

蒋海峰 周 丽 张万良

(上海无线电设备研究院,上海 200090)

文 摘 论述了使用硅凝胶粘接石英陶瓷材料与低膨胀合金,并通过采取减小内应力的方法,以使其能提高强度且耐高温。结果表明:在石英陶瓷与低膨胀合金的粘接过程中,该硅凝胶涂布方便。在常温下,压剪强度为 5.18 MPa;在 200 的高温下,保温 5 min,压剪强度仍可达 3.22 MPa。它的强度及耐高温性能完全符合应用要求。

关键词 内应力,大间隙,硅凝胶

Applications of Big Gap and High Strength Adhesive in Adhering Quartz Ceramic and Low Expansion Alloy

Jiang Haifeng Zhou Li Zhang Wanliang

(Shanghai Wireless Equipment Academy, Shanghai 200090)

Abstract Applications of silicone adhesive for adhering quartz ceramic and low expansion alloy, and measures for reducing internal stress to obtain high strength and high temperature performance are discussed. It is indicated that the silicone adhesive is easy to smear in adhering quartz ceramic and low expansion alloy. Its strength strength is 5.18 MPa under normal temperature; its shear strength is still up to 3.22 MPa at 200 within 5 min. Its strength and high temperature performance are completely satisfied in the applications of spaceflight.

Key words Internal stress, Big gap, Silicone adhesive

1 概述

石英陶瓷材料与低膨胀系数合金,两者的粘接存在不少问题,其中胶接过程中内应力是影响胶接强度和耐久性的重要因素之一。内应力来源有两个^[1]:

(1) 胶粘剂固化过程中由于体积收缩产生的收缩应力;

(2) 胶粘剂和被粘物线膨胀系数不同,在温度变化时产生热应力。

对于收缩应力可以通过调整配方给予解决。而

热应力大小正比于温度变化、胶粘剂与被粘物线膨胀系数的差别以及粘接材料的弹性模量。为了避免热应力,国外一般采用模量低延伸率高的柔性胶^[2],使热应力能通过胶粘剂的变形释放出来,并通过增大粘接间隙来降低异种材料产生的内应力。如果小间隙粘接,则粘接强度高,高温时内应力大,存在可靠性隐患。

另外,由于石英陶瓷与低膨胀合金的膨胀系数相差很大,胶粘剂的选择也成为一大难点。使用常规的胶粘剂粘接,在温度变化时容易产生较大的内

收稿日期:2003-09-04;修回日期:2003-12-22

蒋海峰,1979年出生,大学本科,主要从事航天电子产品的清洗、三防、灌封、粘接等工作

应力,内应力过大时会带来不可靠因素,甚至可能使石英陶瓷碎裂或胶层脱胶。所以必须选用高强度的柔性胶粘剂,通过大间隙粘接的应用研究来解决这个问题。

2 实验

2.1 原材料

石英陶瓷;低膨胀合金;GT-4 硅橡胶;GN521 硅凝胶;特种硅凝胶;耐高温环氧配方;耐高温环氧配方;气相白炭黑 SiO₂;表面处理剂南大-42;表面处理剂钛酸丁酯。

2.2 性能测试方法及设备

粘接试片用的是石英陶瓷和低膨胀合金,在参照剪切强度测试方法的基础上,自行设计工装,对其强度采用压剪的方法用 5 kN 拉力试验机进行测试^[3]。

2.3 实验过程

(1)对上述几种胶粘剂分别在 200 °C 高温及常温下进行强度比较实验,初步挑选出符合要求的几种胶粘剂。

(2)对 GN521 硅凝胶进行配方改良试验。为了减小内应力,必须增大粘接间隙。由于 GN521 硅凝胶粘度较低,在粘接大间隙产品时,胶液容易从胶缝中流失,所以必须增加胶粘剂的粘度使之在胶缝中固定,达到增加厚度的目的,使大间隙粘接具有可操作性,且压剪强度大于 2 MPa。气相白炭黑是胶粘剂常用的填料,可以增加胶粘剂强度,同时可以增加胶粘剂的粘度。通过加入不同量的气相白炭黑,挑选一种最佳方案。

(3)在运用实验(2)结论的基础上,通过加入南大-42 和钛酸丁酯两种不同表面处理剂,做不同粘接胶缝时的压剪强度比较试验。

(4)GN521 加入表面处理剂及填料后,将胶液均匀涂于粘接面,大间隙粘接。固化后对试片进行常温、高低温、湿热、高温试验。

(5)对 GN521 硅凝胶与特种硅凝胶进行不同条件下的各项性能对比实验。

3 结果与讨论

3.1 不同胶粘剂的粘接件压剪强度

采用几种不同的胶粘剂粘接石英陶瓷和低膨胀合金,测试的压剪强度结果见表 1。

从表 1 性能比较可以看出,以钛酸丁酯及南大宇航材料工艺 2004 年 第 4 期

-42 为表面处理剂的 GN521 硅凝胶、特种硅凝胶及环氧配方 都能满足耐高温及压剪强度大于 2 MPa 的要求。由于硅凝胶是由硅-氧原子交替排列成主链的线性聚硅氧烷分子组成的,兼有无机物和有机物两者的特点,耐高温性在胶粘剂中较好,是弹性胶,而如果把环氧配成耐高温型的,则是脆性的。考虑到结构要求及应力释放,选用硅凝胶是比较理想的。

表 1 不同胶粘剂的压剪强度¹⁾

Tab. 1 Testing results of shear strength

胶粘剂	平均压剪强度/MPa	
	200 °C	常温
GT-4 硅橡胶	1.50(有表面处理剂)	1.39(无表面处理剂)
GN521 硅凝胶	-	2.88(无表面处理剂)
	5.5(钛酸丁酯表面处理剂)	4.55(钛酸丁酯表面处理剂)
	4.91(南大-42 表面处理剂)	5.18(南大-42 表面处理剂)
特种硅凝胶	3.22(无表面处理剂)	5.18(无表面处理剂)
耐高温环氧配方	-	5.92(无表面处理剂)
耐高温环氧配方	2.76(无表面处理剂)	8.6(无表面处理剂)

注:1)200 °C 平均压剪强度测试是指试样在 200 °C 下保温 5 min,然后在 200 °C 下测试。

3.2 配方优化试验

3.2.1 不同气相白炭黑加入量对压剪强度的影响

用钛酸丁酯作表面处理剂,加入 GN521 中,胶缝为 0.2 mm,再加入不同量的气相白炭黑(SiO₂)固化,其压剪强度结果见表 2。

表 2 加入气相白炭黑后的压剪强度

Tab. 2 Testing results of shear strength after

样品编号	adding fumed silica MPa		
	SiO ₂ 含量/ % (质量分数)		
	2	3.5	5
1	1.92	4.53	4.96
2	1.92	3.71	3.58
3	2.04	3.18	1.97
4	1.68	4.58	3.25
平均值	1.89	4.00	3.44

表 2 表明 GN521 加 3.5 % SiO₂ 为最佳,其压剪强度最高。

3.2.2 不同表面处理剂对压剪强度影响

GN521 中加入表面处理剂后搅拌均匀,再加入

3.5 %的 SiO₂;用表面处理剂处理粘接面,调节粘接间隙,然后在试片上涂胶,用夹子固定固化。不同表面处理剂的试片压剪强度结果见表 3 和表 4。

表 3 胶缝为 0.2 mm 时压剪强度

Tab.3 Testing results of shear strength with

样品 编号	0.2 mm gap		MPa
	表面处理剂		
	钛酸丁酯	南大 - 42	
1	2.79	2.90	
2	1.77	3.64	
3	3.32	4.48	
4	2.09	3.31	
5	2.94	4.34	
平均值	2.58	3.73	

表 4 胶缝为 0.4 mm 时压剪强度

Tab.4 Testing results of shear strength with

样品 编号	0.4 mm gap		MPa
	表面处理剂		
	钛酸丁酯	南大 - 42	
1	1.40	2.07	
2	2.52	1.82	
3	1.33	2.92	
4	2.00	1.84	
5	1.95	3.99	
平均值	1.84	2.53	

表 3、表 4 结果表明:在加入 SiO₂后,在胶缝 0.2 mm 和 0.4 mm 时,表面处理剂南大 - 42 比钛酸丁酯更好。GN521 经过改良后,在常温下,可以达到设计要求。

3.3 不同环境条件对压剪强度影响

GN521 加入南大 - 42 及 SiO₂ 后,对试片进行粘接;然后对其进行常温、高低温、湿热、高温试验,压剪强度结果见表 5。

GN521 经改良配方后,高低温、湿热后的压剪强度与常温相比基本不变,且 > 2 MPa,可操作性也很好,但经高温试验后压剪强度只有 1.55 MPa,不能满足高温要求。所以此胶只能用于常温下宽胶缝的粘接,要达到大间隙粘接、耐 200 °C 高温,应该进行

进一步的试验。

表 5 高低温、湿热条件的压剪强度

Tab.5 Testing results of high, low temperature and humidity conditions

样品 编号	试验条件			MPa
	高温 (70 ±2) 24 h ± 5 min	湿热 (40 ±2) (93 ±3) % RH 48 h	高温 200 5 min	
	低温 (- 40 ±2) 48 h ± 5 min		常温	
1	2.33	2.85	1.70	2.23
2	2.58	2.62	2.22	2.44
3	4.39	3.19	1.22	4.27
4	4.33	2.08	1.22	3.56
5	3.17	4.19	1.40	3.59
平均值	3.36	2.99	1.55	3.22

3.4 两种硅凝胶对压剪强度的影响

大间隙粘接,低膨胀合金试片先进行喷砂处理,将特种硅凝胶混合均匀涂于粘接面,固化粘接试片的压剪强度与 GN521 硅凝胶的比较结果见表 6。

表 6 不同硅凝胶压剪强度的对比

Tab.6 Comparison of shear strength of different silicone adhesives

试验条件	MPa	
	GN521 硅凝胶	特种硅凝胶
常温下	3.22	5.18
高温 200 °C, 5 min	1.55	3.22
湿热 (40 ±2) °C, (93 ±3) % RH 48 h	2.99	5.55
高温 (70 ±2) °C, 24 h ± 5 min 低温 (- 40 ±2) °C, 48 h ± 5 min	3.36	5.61

表 6 结果表明,特种硅凝胶比 GN521 硅凝胶性能优越,在高温下,也能满足要求,与文献[4]报道的一致。

3.5 涂布方法研究

特种硅凝胶在常温下粘度大,由于硅 - 氧原子交替排列的分子特性,在高温时粘度变化不大,因此可以将胶先涂布在石英陶瓷上,厚度超过粘接间隙,在低膨胀合金上也涂满胶,然后将这两种材料的两个粘合面压在一起,观察胶缝周围是否有余胶挤出,如果有余胶,说明已填满^[5]。通过两种胶粘剂的总

(下转第 62 页)

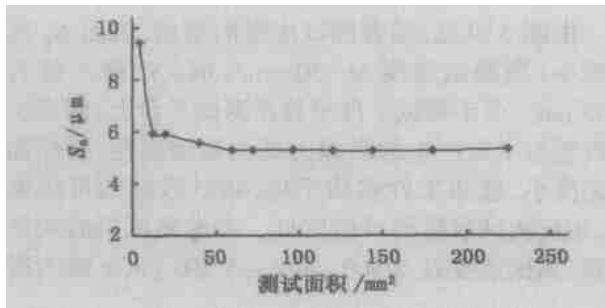


图5 S_a 与测试面积的关系

Fig.5 Measuring area vs S_a curve

综合上述分析结果,建议适合复合材料切削表面粗糙度的测试参数范围为:

测试速度为 $2\ 500\ \mu\text{m}/\text{s} \sim 3\ 500\ \mu\text{m}/\text{s}$;测试间距为 $40\ \mu\text{m} \sim 80\ \mu\text{m}$;测试面积为 $100\ \text{mm}^2 \sim 250\ \text{mm}^2$ 。

4 结论

通过使用 TalyScan150 型表面粗糙度测试仪进行复合材料切削表面粗糙度的测试,对比研究了不同测试方法、测试参数对复合材料切削表面粗糙度

的影响。结果表明:

(1) 复合材料切削表面粗糙度采用非接触式(激光)测量方式进行测量,能够客观反映复合材料表面的真实状况;

(2) 复合材料切削表面粗糙度非接触式测量方式的测试参数范围是测试速度为 $2\ 500\ \mu\text{m}/\text{s} \sim 3\ 500\ \mu\text{m}/\text{s}$,测试间距为 $40\ \mu\text{m} \sim 80\ \mu\text{m}$,测试面积为 $100\ \text{mm}^2 \sim 250\ \text{mm}^2$ 。

参考文献

- 1 郭正. 宇航复合材料. 宇航出版社,1999:15~22
- 2 俞汉清. 表面粗糙度标准及应用. 中国计量出版社,1997:8~30
- 3 Lonarde Pm, Trumpold H, Chiffre L De. Progress in 3D surface microtopography characterization. Annals of the CIRP, 1996; 45(2):589~592
- 4 杨志翔,王金明等. 复合材料表面二维轮廓分析和三维形貌分析的比较研究. 见:中国航天13情报网会议论文集,2002
- 5 Thomas T R. Trends in surface roughness. Jnt. J. Mach. Tools Manufact, 1998;38:405~411

(上接第50页)

结比较,可以发现,特种硅凝胶不仅涂布方便,而且性能稳定,各项指标都优越于 GN521。

4 结论

通过压剪强度试验,在石英陶瓷与低膨胀合金的粘接过程中,使用特种硅凝胶涂布方便。在常温下,压剪强度为 $5.18\ \text{MPa}$;在 200°C 的高温下,保温 $5\ \text{min}$,压剪强度仍可达 $3.22\ \text{MPa}$,胶层没有丝毫的脱离,其强度及耐高温性能完全符合要求。

参考文献

- 1 程时远,陈正国. 胶粘剂生产与应用手册. 北京:化学工业出版社,2003:23~28
- 2 杨玉,廖增琨,余云照,卢凤才. 合成胶粘剂. 北京:科学出版社,1980:38~42
- 3 王箴. 化工辞典. 北京:化学工业出版社,1979:186,266
- 4 李盛彪,黄世强,王石泉. 胶粘剂选用与粘接技术. 北京:化学工业出版社,2002:277~295
- 5 吴民达. 机械产品胶接密封技术实用手册. 辽宁:辽宁科学技术出版社出版,1995:54~61