

基于创新思维的有机硅压敏胶合成及表征综合化学实验教学设计

刘兴好*, 杜鹏程, 沈永雯, 惠新平, 郭金山*

兰州大学化学化工学院, 兰州 730000

摘要: 为培养本科生创新思维, 我们创新设计了有机硅压敏胶制备实验。利用硅酸酯法, 以正硅酸乙酯为核心, 合成多种结构的有机硅树脂, 与107胶结合制成高性能压敏胶。实验探究结构与性能的关系, 结合高分子材料与实际应用, 帮助学生更深刻地理解压敏胶的性能差异, 提升实践能力, 使学生深刻体验压敏胶的独特性能及魅力。

关键词: 有机硅树脂; 缩合聚合; 多样性

中图分类号: G64; O6

Design of Comprehensive Chemistry Experiments for the Synthesis and Characterization of Silicone Pressure-Sensitive Adhesives Based on the Innovative Thinking

Xingyu Liu*, Pengcheng Du, Yongwen Shen, Xinping Hui, Jianshan Guo*

College of Chemistry and Chemical Engineering, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China.

Abstract: To foster innovative thinking among undergraduates, we have developed a novel experiment focused on the preparation of silicone pressure-sensitive adhesives. Utilizing the silicate method, we synthesized a variety of organosilicon resin structures based on ethyl orthosilicate, which were then combined with 107 glue to create high-performance pressure-sensitive adhesives. This experiment investigates the relationship between structure and performance, integrating polymer materials with practical applications. It aims to enhance students' understanding of the performance variations in pressure-sensitive adhesives, improve their hands-on skills, and provide them with a profound appreciation of the unique properties and appeal of these materials.

Key Words: Silicone resin; Condensation polymerization; Diversity

近年来,为加速有机硅行业的蓬勃发展,我国出台了一系列政策导向,如2021年12月发布的《“十四五”原材料行业发展规划》,该规划为包括有机硅在内的原材料工业指明了发展方向,明确了高端化供给、合理化结构、绿色化生产和数字化转型的目标,同时确保产业体系的安全稳定。有机硅材料作为电子产品制造领域的核心材料,其新材料研发对于我国电子工业的跃升具有至关重要的意义。此外,有机硅材料在国家重大工程中发挥着不可替代的作用,特别是那些高可靠性、高稳定性、高性能的特种有机硅材料,尽管用量有限,但种类繁多、技术要求高,预示着其未来广阔的发展前景。

在众多压敏胶中,有机硅压敏胶以其卓越的性能脱颖而出。与目前技术成熟的丙烯酸酯压敏胶和橡胶型压敏胶相比,有机硅压敏胶能够在-75 °C至350 °C的极端温度范围内稳定工作,甚至能够

收稿: 2024-04-15; 录用: 2024-07-25; 网络发表: 2024-08-20

*通讯作者, Emails: liuxingyu@lzu.edu.cn (刘兴好); gjs@lzu.edu.cn (郭金山)

基金资助: 兰州大学第三批本科专业课程教学团队项目(2023); 兰州大学教育教学改革院级一般项目(2022); 兰州大学教学改革示范课程建设项目(2021); 兰州大学课程思政示范课程建设项目(2021)

粘接那些丙烯酸酯类和橡胶型压敏胶难以粘附的材料，如低表面能的聚四氟乙烯和未经处理的聚烯烃，展现出令人满意的粘接效果^[1-3]。

有机硅压敏胶通常由MQ (单官能团Si—O单元(M单元)与四官能团Si—O单元(Q单元)组成的)硅树脂、有机硅橡胶、填料、有机溶剂和其他添加剂等多种关键成分组成^[4-7]。其中，MQ硅树脂的主要结构为高度交联的硅氧烷，其性质虽然比较坚硬但却十分脆，在室温以上具有很宽的玻璃化温度转变区域。将其应用到有机硅压敏胶中，MQ树脂能对硅橡胶具有增粘补强作用，能显著提升压敏胶的低温粘附性和耐高温蠕变性。MQ硅树脂的制备方法根据Q单元原料的不同可分为硅酸钠法与正硅酸乙酯法。本实验将采用硅酸酯方法合成MQ硅树脂，并通过硅醇(—Si—OH)缩聚进行反应与有机硅橡胶结合，最终制备出高性能的有机硅压敏胶^[8-11]。MQ树脂结构如图1所示。

通过本实验，本科生能深入掌握有机硅压敏胶粘剂的制备方法，理解缩合聚合反应的基本机理。通过探究不同MQ树脂和有机硅橡胶的缩合聚合过程，学生将亲身体验到高分子结构与性能之间的关系，从而丰富实验内容，真正发挥学生的主观能动性。通过实验内容的交叉训练，将帮助学生掌握压敏胶性能表征方法和应用，提高本科生对材料性能重要性的认知水平，为学生未来的科研和职业发展奠定坚实基础。同时将高分子材料与实际应用相结合，体会聚合物结构与性能的多样性，避免了以往教学中的单一性、枯燥性及千篇一律的特点，增强本科生理论知识与实践的灵活运用，真正理解压敏胶的基本概念和结构千变万化的特点。

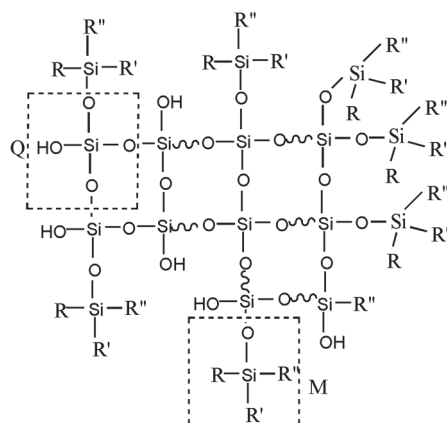


图1 MQ硅树脂结构示意图

1 实验设计思路

(1) 通过本实验，掌握一种缩合型有机硅树脂的反应原理、特点及实验方法。学会对MQ树脂的结构表征；

(2) 采用缩聚法合成有机硅压敏胶，掌握有机硅压敏胶的组成特点及粘结性能；

(3) 利用开放性思维将不同的有机硅树脂与分子量大小不同的有机硅橡胶缩合，使本科生认识聚合物结构与性能之间的关系，加深对聚合物性能的理解；

(4) 拓展视野，了解M/Q不同比值(单官能团Si—O单元(M单元)与四官能团Si—O单元(Q单元)组成比)、缩合程度、反应时间、水解酸度、反应温度等条件对有机硅压敏胶性能影响的重要性，真正理解高分子材料的多变性。

2 实验材料

2.1 试剂

正硅酸乙酯(Si28和Si40)和六甲基二硅氧烷购于南京能德新材料技术有限公司；对照甲基MQ硅树脂样品购于上海晏迪新材料科技有限公司，M/Q值：0.7–0.8，羟值含量：0.5%–1.0%；乙醇、盐酸、

醋酸、甲苯、碳酸氢钠购于成都市科隆化学品有限公司；有机硅107胶购于济南兴隆达化工有限公司，所用去离子水为二次蒸馏水。

2.2 仪器

250 mL四口瓶、温度计、球形冷凝管、分水器、搅拌棒、加热套、电动搅拌器、分析天平、75 μm 涂膜器(上海现代环境工程技术有限公司)、NDJ-8S型旋转粘度计(上海安德仪器设备有限公司)、AGS-X500N型剥离强度测试仪(岛津(上海)实验器材有限公司)、STA Pt1600热分析仪(德国Linseis公司)、Waters1515凝胶色谱仪(美国Waters公司)。

2.3 实验原理

本实验采用硅酸酯法合成出三种不同缩合程度的有机硅树脂(MQ树脂)，并与三种不同分子量的有机硅107胶进一步缩合聚合，得到9种不同结构的有机硅压敏胶；并且与市场销售的有机硅树脂对应合成的有机硅压敏胶性能进行对比，了解缩合程度、反应时间、反应温度等条件对有机硅压敏胶性能影响。

2.4 实验步骤

2.4.1 有机硅树脂的合成

在250 mL四口烧瓶中加入32.40 g正硅酸乙酯缩合物(Si28或Si40)，开动搅拌，将0.50 g浓盐酸、35.0 g乙醇、10.0 g水混合液加入其中，温度升至约50 $^{\circ}\text{C}$ ，在此温度反应10 min后，慢慢加入15.0 g六甲基二硅氧烷，保持温度为50–55 $^{\circ}\text{C}$ ，反应40 min。加入0.20 g碳酸氢钠，调节pH为中性，搅拌5 min后反应结束。过滤除去碳酸氢钠，得到水解产物。

在水解产物中加入50.0 g甲苯，0.20 g醋酸，在回流温度下分水，反应30 min，除去少量水分。反应结束后，过滤，得到有机硅树脂的甲苯溶液，并测试其固含量。取少量有机硅树脂的甲苯溶液在真空干燥箱中减压脱除甲苯，得到白色有机硅树脂粉末，分别为Si28-1或Si40硅树脂，测定其分子量和热性能。

Si28-2硅树脂使用的原料配比与上述一致，只是在加入正硅酸乙酯缩合物，保持温度为50–55 $^{\circ}\text{C}$ 时，反应时间缩短为20 min；后期进行缩合反应时，在回流温度下分水反应时间减少到20 min，缩短了缩合聚合的时间。

反应过程中，由于选择原料的不同，分别包含Si40和Si28两种硅树脂；其中Si28树脂在反应过程中因反应温度及时间的差异，将其分为Si28-1和Si28-2硅树脂；以及参考市场的硅树脂对照样，共计四种有机硅树脂。以下内容在这四种有机硅树脂对应的压敏胶之间的性能对比。有机硅树脂中缩合聚合反应的反应式为(图2)及Si28-1的MQ树脂的红外光谱图(图3)。

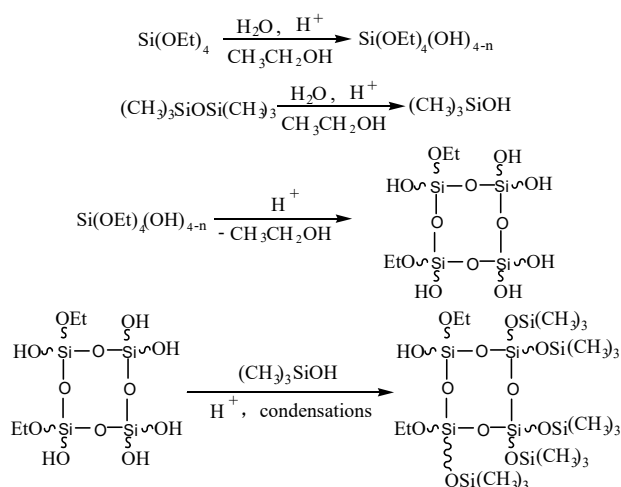


图2 MQ树脂的合成反应式

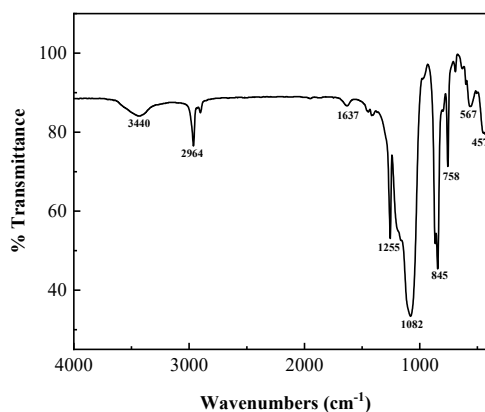


图3 Si28-1的MQ树脂的红外光谱图

2.4.2 有机硅压敏胶的合成

在250 mL的四口烧瓶中分别加入固含量为37.5%的有机硅树脂的甲苯溶液40.0 g和10.0 g的有机硅107胶(分别为粘度10万cst的107胶(10w-107胶)、1万cst的107胶(1w-107胶)和5千cst的107胶(5k-107胶))(总固含量为50%),搅拌均匀,设置反应温度为55℃;随着温度缓慢上升,有机硅树脂和107胶慢慢溶解,溶液澄清透亮;待温度上升至55℃时,加入0.4 g的醋酸,在回流温度下进行分水,反应约30 min。通过缩合反应,分水器中分离出少量水分,反应结束,待温度降至室温后倒出,测试其透光率。根据反应中使用的各种硅树脂和107胶,共计有 $4 \times 3 = 12$ 个样品。在实验过程中,可以安排学生2-3人一组合成不同种类的压敏胶,完成这些样品的表征,并对数据和性能进行对比,锻炼学生之间的协作能力。有机硅压敏胶缩聚反应的反应式(图4)和红外光谱图(图5)如下。

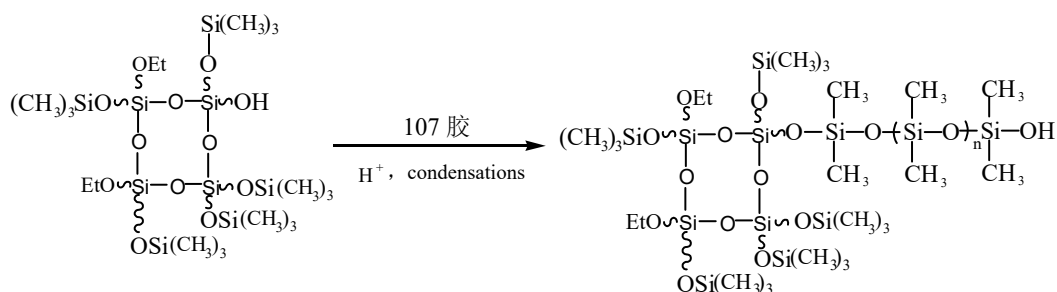


图4 压敏胶的合成反应式

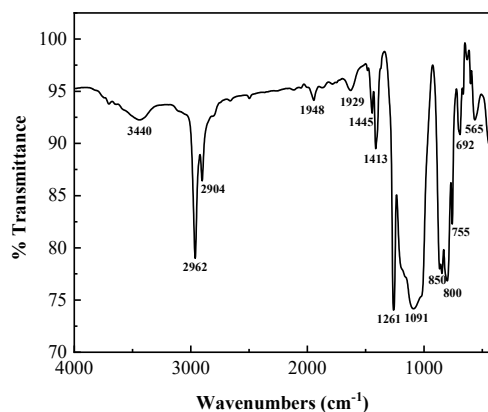


图5 Si28-1-10W-107压敏胶的红外光谱图

2.4.3 有机硅压敏胶胶带的制备

首先测定压敏胶的固含量,统一配成固含量为45.0%的甲苯溶液,混合均匀后用来制作压敏胶胶带。将电晕处理的PET(聚酯)薄膜放于有少量水分(用于固定PET薄膜)的玻璃板上,取适量压敏胶涂抹到薄膜上,用涂膜器刮涂,并放入90 °C的烘箱中烘烤10 min,让其表面流平。取出薄膜,待温度下降后,将304钢板表面的保护膜撕下,并从一侧缓慢地将钢板贴于压敏胶表面,贴好后用力按压使之充分接触,常温放置12 h,让压敏胶与钢板表面的空隙充分结合,最后剪去多余的薄膜。图6为压敏胶与钢板间的结合示意图,从左到右依次加压使其贴合牢固。



图6 有机硅压敏胶与板材结合示意图

2.4.4 固含量测定

在已知质量的铝箔中称取1.5–2.0 g(精确至0.0001 g)压敏胶,放入烘箱在105–110 °C烘烤1.5–2.0 h至恒重。按下式计算固含量:

$$\text{固含量} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

式中, m_0 为铝箔重量; m_1 为干燥前试样重量和铝箔重量之和; m_2 为干燥后试样重量和铝箔重量之和。

2.4.5 粘度(η)测定

将制备的有机硅压敏胶配制固含量为45%的甲苯溶液,以NDJ-8S型旋转粘度计测定压敏胶的粘度,选用1号转子(转速30 r·min⁻¹),测试温度25 °C。

2.4.6 凝胶渗透色谱(GPC)分析

称取5–10 mg的有机硅树脂粉末,以THF为溶剂,取出1–2 mL样品进行凝胶渗透色谱分析测试。

2.4.7 差热(DTA)分析

将制备的有机硅树脂粉末和压敏胶,分别称取5–10 mg,设置升温速度为10 °C·min⁻¹,测温范围设置为25–800 °C,使用同步热分析仪进行分析测试。

2.4.8 紫外光谱(UV)分析

将制备的有机硅压敏胶12个样品,配制成固含量为45%的甲苯溶液,用甲苯做参比,扫描范围为200–800 nm,测定透光率。

2.4.9 180°剥离强度测试

将上述2.4.3小节中制备的压敏胶带与304钢板条经充分粘结后,调节测试速度为5 mm·s⁻¹,测试数据为应力,单位为N,进行测试分析。

3 结果与讨论

3.1 凝胶渗透色谱分析

从GPC数据如表1所示, Si28-1硅树脂的重均分子量最大,其树脂的重均分子量大小顺序为: $\bar{M}_{\text{Si28-1}} > \bar{M}_{\text{Si40}} > \bar{M}_{\text{对照样}} > \bar{M}_{\text{Si28-2}}$,与其对应的压敏胶的剥离强度相吻合。随着有机硅树脂分子量的增大,剥离强度也增大;选择不同分子量大小的107胶,同样得到其结果;它们的数均分子量的大小顺序与重均分子量一致,但差别不大,在3000–4000的范围内,有机硅树脂对其强度影响不明显;而从分子量分布来看, Si28-1硅树脂的分布指数较其他三种硅树脂较大,影响其内聚强度的主要以高分子量部分为主,因此,其强度比其他三种树脂高。从剥离强度的排列顺序可知,即 $N_{\text{Si28-1}} > N_{\text{Si40}} >$

$N_{\text{对照样}} > N_{\text{Si28-2}}$, 分子量的大小和分布指数都对其剥离强度有贡献。三种有机硅树脂的合成路线相同, 其中控制反应时间长短及反应过程中的温度, 使三者性质产生差异。结合 180° 剥离强度数据和钢板上的残胶现象, 预测重均分子量的大小与其粘结强度大小有关, 分子量分布指数可能与压敏胶的内聚强度呈正相关(由内聚强度与残胶现象有关)。

表1 不同有机硅树脂重均、数均分子量及分布

有机硅树脂	\bar{M}_n	\bar{M}_w	\bar{M}_w/\bar{M}_n
Si28-1	4163	8481	2.03
Si28-2	3026	4552	1.50
Si40	3666	6031	1.64
对照样	3203	5052	1.57

3.2 有机硅压敏胶的粘度测定

由表2中可知, 随着107胶分子量的增大, 四种有机硅压敏胶的粘度都有所升高, 说明粘度是随着分子量的增大而增大; 由Si28-1硅树脂得到的三种压敏胶的粘度也都要高于对应的其他三种有机硅树脂, 这是由于Si28-1硅树脂自身的分子量较大的原因。但不同有机硅树脂与相同的107胶对比时, 虽然对应的不是完全一致, 但Si28-1硅树脂的压敏胶的粘度均大于对照样压敏胶, 说明Si28-1硅树脂的分子量较大, 更有利于与107胶反应, 粘度的升高对压敏胶内聚力的提高是有利的(见图3)。

表2 不同有机硅树脂压敏胶的粘度

有机硅树脂	硅橡胶	粘度(mPa·s)	有机硅树脂	硅橡胶	粘度(mPa·s)
Si28-1-107 胶	5 k	425	Si40-107 胶	5 k	466
	1 w	628		1 w	589
	10 w	962		10 w	643
Si28-2-107 胶	5 k	425	对照样-107 胶	5 k	233
	1 w	550		1 w	426
	10 w	820		10 w	758

3.3 有机硅压敏胶的分解温度测定

表3是不同有机硅树脂与相应压敏胶的分解温度的数据。从表中可以看出, Si28-1硅树脂与分子量较大的107胶合成得到的压敏胶的分解温度最高, 而且随着107胶分子量的增大, 不同压敏胶的分解温度也随之增高; 这与其分子量的大小具有相关性, 分子量越大, 耐热性越好。对有机硅树脂而言, 同样Si28-1硅树脂的耐热性最好。当选择分子量较小的两种107胶与有机硅树脂反应时, 其他三种树脂对应压敏胶的耐热性并没有明显规律。

3.4 压敏胶的紫外-可见光吸收分析

表4分别是不同有机硅压敏胶的透光率数据。这是固含量为45%压敏胶的透光率, 在可见光400-800 nm的范围内, 产品的透光率基本都在95%及以上, 说明合成的有机硅压敏胶与甲苯相容性良好。压敏胶能够均匀地分散到甲苯中, 这样在实际使用过程中, 可以确保压敏胶整体的粘结强度一致, 不会存在粘结力不足或者粘结强度不均匀的现象。将压敏胶涂刷在粘结面上以后, 在空气中需要凉置一段时间, 以使胶料得到扩散、浸润、渗透和溶剂挥发, 才能达到较大的粘结强度。

表3 不同有机硅树脂和压敏胶的分解温度

有机硅树脂	硅橡胶	T_d (°C)	有机硅树脂	硅橡胶	T_d (°C)
Si28-1-107胶	—	358	Si40-107胶	—	302
	5 k	308		5 k	324
	1 w	325		1 w	264
	10 w	393		10 w	358
Si28-2-107胶	—	321	对照样-107胶	—	325
	5 k	277		5 k	334
	1 w	323		1 w	314
	10 w	355		10 w	358

表4 不同有机硅压敏胶的可见光透光率

有机硅树脂	硅橡胶	透光率(%)	有机硅树脂	硅橡胶	透光率(%)
Si28-1-107 胶	5k	97.1	Si40-107 胶	5k	98.5
	1w	97.9		1w	98.1
	10w	96.7		10w	97.8
Si28-2-107 胶	5k	93.5	对照样-107 胶	5k	98.3
	1w	98.3		1w	97.5
	10w	94.2		10w	98

3.5 压敏胶带180°剥离强度测试及结果

从图7中可以看出，同一类型的有机硅树脂与不同分子量的107胶反应，压敏胶的剥离强度随着107胶分子量的增大而增大；选择相同类型的107胶与不同的有机硅树脂反应，其剥离强度的大小为 $N_{Si28-1} > N_{Si40} > N_{对照样} > N_{Si28-2}$ ，这一顺序与有机硅树脂的分子量大小顺序相一致，说明有机硅树脂分子量的大小对剥离强度有贡献。Si28-1硅树脂的分子量最大，具有最高的剥离强度。因此，要想提高压敏胶的剥离强度，可以分别从硅树脂和参与反应的107胶两方面入手。在提高有机硅树脂分子

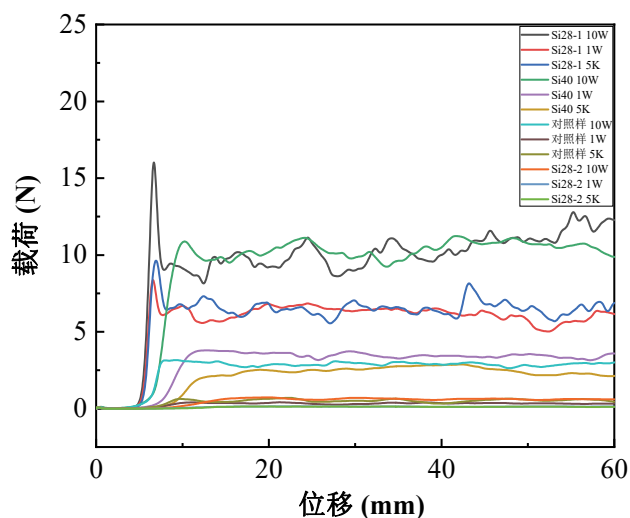


图7 不同有机硅压敏胶的180°剥离强度

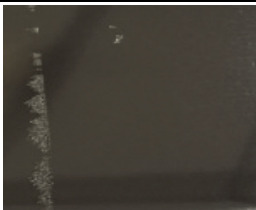

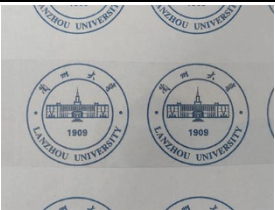
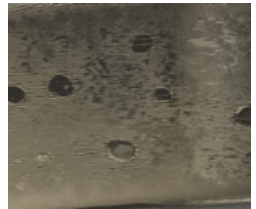
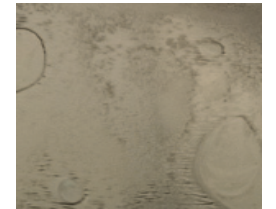

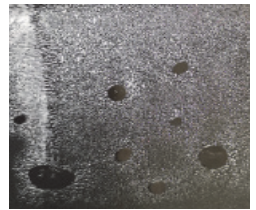
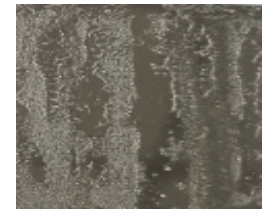


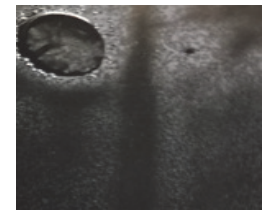

电子版为彩图

量的同时可以选择高分子量的107胶，能够明显提高压敏胶的剥离强度；对于Si28-2硅树脂，由于分子量较小，不论选择哪一种分子量的107胶对其剥离强度都贡献不大；Si40硅树脂只能用分子量较大(运动粘度为10万cst)的107胶使其剥离强度有明显提高，而粘度为1万cst和5千cst的107胶的分子量较小，得到的压敏胶的剥离强度没有太大差别；对对照样硅树脂与Si40硅树脂制得的压敏胶类似，但Si40树脂分子量略高于对对照样树脂，其对应的剥离强度要高两倍多。从这些数据中可以认为，合成的有机硅树脂比对对照样产品有很好的优越性。

3.6 有机硅压敏胶带残胶现象

通过观察180°剥离的钢板，对残胶现象进行记录。由表5不同压敏胶胶带残胶现象可以看出，由Si28-1硅树脂制得的不同类型的压敏胶无残胶现象。也就是说，Si28-1树脂的分子量大，内聚强度大，无残胶存在于钢板，说明其内聚强度大于粘结强度。而其他有机硅树脂的压敏胶都有残胶，是因为树脂的分子量低，进而使压敏胶的内聚强度均小于相对应的粘结强度。Si40树脂的分子量较大，其压敏胶的拉丝现象最明显，内聚强度与钢板间的粘结强度处于临界状态；Si28-2压敏胶有拉丝现象，但没有Si40压敏胶明显，并容易拉断，说明其分子量较小，内聚强度比粘结强度小很多；对对照样压敏胶无拉丝现象，直接发生断开，可能与其分子量分布较Si28-2硅树脂的分布宽有关。所有有残胶现象的有机硅树脂与107胶反应后，都会随着107胶的分子量增大而拉丝现象明显，拉丝量多，拉丝长，说明选择分子量较大的107胶制得的压敏胶都会提高其内聚强度，分子量较小的107胶(粘度1万cst和5千cst)会使内聚强度变低。

表5 压敏胶胶带残胶现象

有机硅树脂名称	有机硅橡胶名称		
	5K-107胶	1W-107胶	10W-107胶
Si28-1			
Si28-2			
Si40			
对对照样			

从剥离强度的测试和压敏胶带残胶现象的解释,以及实验过程中教师对压敏胶性能的讲解,让学生认识到聚合物性能与其结构的关系,有依据地合成不同缩合程度的有机硅树脂、选择合适与应用体系相适应的有机硅橡胶,来满足有机硅压敏胶的使用性能,从结构上让学生们真正理解高分子材料的应用价值,体现出实验的综合性、思考性及设计性的特点^[9,10]。

4 教学内容的组织和实施

本实验适合作为本科生综合实验教学内容,有别于基础高分子实验中的丙烯酸酯类压敏胶的合成,更符合当今社会的需求。随着人们生活水平的不断提高,需要更高性能的压敏胶来替代传统的丙烯酸酯类和橡胶类的胶料,体现了本实验设计的重要性,必将极大地激发学生对本学科内容的兴趣。与其他类型压敏胶基础实验相比,本实验第一步的水解反应,涉及到无机化学学科的内容,真正做到了无机-有机高分子内容的完美结合,充分体现了本实验的综合性 and 新颖性。

在教学内容的组织实施上,可将学生分成5-6人的小组,要求学生课前通过文献检索了解有机硅树脂的不同合成方法。在课堂上,组织学生对不同的合成方法进行分析、比较和讨论。对实验讲义中的方法提出不同的观点,例如M/Q比值、缩合程度、反应时间、水解酸度、反应温度等条件对有机硅压敏胶性能影响,深刻理解本实验的原理和关键问题,认识有机硅树脂结构与性能之间的关系。在此基础上,利用学校引进“一平三端”智慧网络教学平台,组织学生在线完成有机硅树脂理论文献和专著的学习,实现师生实验课程的线上课堂互动,为学生自主学习和教师开展日常辅助教学“线上线下混合式教学”“翻转课堂”等教学改革开展了有益的探索。比如提出课前实验的预习题,进行知识点的梳理,包括缩合聚合反应机理、水解缩合反应机理,以及活性官能单体或硅氧烷的水解缩合、同官能基的缩合聚合、异官能基的缩合聚合等原理,弥补在分子化学基础课程学习中缺少的有机硅合成机理这部分内容的理论知识,将无机化学学科与高分子化学学科相融合,加深了对理论课的学习,丰富实验课的内容。教师要利用“学习通”平台与各小组进行线上交流,让学生将老师提前发放的预习材料进行讨论和师生互动,各小组之间也能进行相互评价,利用发放任务点来实施预习考核。

在实验具体实施课时安排方面,可以安排8学时的实验课时,可以与其他基础实验进行交叉实施,在合成下一个实验的过程中来表征本实验的性能,合理安排实验内容,更好地利用有效时间来完成本实验的教学内容。实验结束后,利用1-2人一组的压敏胶结果综合成上述实验结果表格,组织实验结果考核,重在通过对不同压敏胶在合成MQ硅树脂合成方法的深入探讨,以及对凝胶渗透色谱分析、粘度测定、热性能、透光率、压敏胶带180°剥离强度测试、有机硅压敏胶带残胶现象几方面的结果进行分析讨论,最终在完成以下思考题的同时,以实验报告的形式完成实验提交到“学习通”平台。

- (1) 简述缩合型有机硅树脂的合成方法。
- (2) 简述MQ树脂的概念,如何调节M/Q比值,来改变有机硅树脂和压敏胶性能的影响?
- (3) MQ树脂的制备方法有哪些?它们有哪些优缺点?
- (4) 本实验中有机硅树脂与107胶反应时可能会出现凝胶化现象,为什么?

5 实验特色

(1) 合成过程中,不同的配比和反应条件使有机硅压敏胶的性能具有多样性,让学生深刻理解聚合物结构与性能的千变万化。

(2) 与传统的丙烯酸酯类和橡胶类的压敏胶不同,有机硅压敏胶的应用范围更广,实验实用性强。

(3) 本实验是元素有机高分子的合成,体现了无机化学与高分子化学的学科交叉,说明学科交叉对有机硅压敏胶合成的重要性。

6 结语

本实验以正硅酸乙酯缩合物为母体, 在醇、酸介质中与有机二硅氧烷进行平衡反应, 通过调节原料比例和反应条件来控制分子构型合成有机硅树脂, 进一步与107硅橡胶进行羟基缩合反应, 得到性能优异的有机硅压敏胶, 并对其压敏胶进行了性能表征。整个实验内容丰富, 不仅体现了化学实验的多样性, 还培养了学生在应用方面的能力。采用不同的有机硅树脂和107胶, 使实验更具灵活性, 学生可以通过各自不同的结果进行结构与性能的对比, 激发学生的主观能动性, 对树脂和压敏胶的性质有更深层次的认识, 通过实验教学, 加深对课堂理论教学内容的理解, 两者内容的融合让学生体会到了理论与实践相结合^[12,13]。具体的一些体会如下:

(1) 有机硅树脂可以通过缩合反应实现交联固化, 主要含有Si-OH、Si-OR、Si-H等基团, 这些基团在催化剂作用下缩合出固体产物, 反应操作简单、重现性好、容易掌握。有机硅压敏胶有别于常规丙烯酸酯类和橡胶型压敏胶, 它的优异性能是其他有机高分子材料所不能比拟和替代的, 将这种性能优良的压敏胶合成技术运用到本科生的实验教学中, 可以让学生体会到元素有机分子的应用价值。

(2) 本实验共合成了12种不同类型的有机硅压敏胶, 从中得到内聚强度最好的一组。这样就可以通过对比, 让学生真正理解压敏胶在使用过程中的优劣性, 理解硅树脂的缩合程度、分子量大小、分子量分布等对压敏胶的性能的影响, 充分理解聚合物结构与性能的关系, 从而提升学生对实验的兴趣, 扩展相关的知识水平。

(3) 本实验合成的有机硅压敏胶性能优异, 它可以在高科技领域得到广泛应用。国内对它的基础研究与产品开发方面均十分薄弱, 与国外差距很大, 在品种、质量和数量方面远远不能适应现代产业发展的需要, 大部分有机硅压敏胶尚需进口^[14,15]。利用实验教学课程让学生查找相关文献, 充分认识有机硅压敏胶合成的重要性, 学生通过了解有机硅压敏胶的发展方向, 可以拓展视野, 提升他们对先进材料的兴趣和创新思维。

参 考 文 献

- [1] Lin, S. B.; Durfee, L. D.; Ekeland, R. A.; McVie, J.; Schalaus, G. K. *J. Adhes. Sci. Technol.* **2007**, *21*, 605.
- [2] Tolia, G.; Li, S. K. *AAPS Pharm. Sci. Tech.* **2014**, *15*, 1.
- [3] Zheng, J.; Zong, Y.; Zhao, G.; Yu, Z.; Wang, M.; Zhu, C.; Li, C.; Liu, J.; Gui, D. *Int. J. Adhesion Adhes.* **2020**, *98*, 102457.
- [4] Wang, Y.; Bai, Y.; Yue, L.; Zheng, X. *J. Appl. Polym. Sci.* **2020**, *137*, 48322.
- [5] Sawvel, A. M.; Crowhurst, J. C.; Mason, H. E.; Oakdale, J. S.; Ruelas, S.; Eshelman, H. V.; Maxwell, R. S. *Macromolecules* **2021**, *54*, 4300.
- [6] Chen, D.; Chen, F.; Hu, X.; Zhang, H.; Yin, X.; Zhou, Y. *Compos. Sci. Technol.* **2015**, *117*, 307.
- [7] Robeyns, C.; Picard, L.; Ganachaud, F. *Prog. Org. Coating*, **2018**, *12*, 287.
- [8] 幸松民, 王一璐. 有机硅合成工艺及产品应用. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- [9] Khalina, M.; Sanei, M.; Mobarakeh, H. S.; Mandavian, A. R. *Int. J. Adhesion Adhes.* **2015**, *58*, 21.
- [10] Jochem, H.; Rejsek-Riba, V.; Maerten, E.; Remaury, S.; Solé, S.; Sierra, G.; Baceiredo, A.; Guillaumon, O. *Mater. Chem. Phys.* **2013**, *141*, 189.
- [11] Lee, J. H.; Lee, T. H.; Shim, K. S.; Park, J. W.; Kim, H. J.; Kim, Y. D. *Mater. Lett.* **2017**, *208*, 86.
- [12] 杨凯, 毕戈华, 张永, 靳德林, 徐子崑, 王倩, 邢令宝. 大学化学, **2023**, *39* (4), 206.
- [13] 周强, 朱平平, 邵伟, 胡万群, 雷璇, 杨海洋. 大学化学, **2024**, *39* (6), 264.
- [14] 刘文雪, 虞鑫海. 中国胶粘剂, **2022**, *31* (7), 62.
- [15] 韩小兵, 王子文, 高洁, 陈涛, 胡国文. 精细与专用化学品, **2022**, *30* (4), 10.