

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

139 083



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 83 05 20 (P. 242088)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 12 03

Opis patentowy opublikowano: 88 03 30

Int. Cl.⁴ B32B 27/38
C08L 63/00

Twórcy wynalazku: Anna Wojdyła-Kukła, Bogumiła Budrewicz, Zbigniew Wyderka,
Kazimierz Biernacki, Barbara Sikorska, Marianna Szlechter,
Danuta Białomazur, Jan Ciszek, Edward Włodarski

Uprawniony z patentu: Zakłady Tworzyw Sztucznych "Erg", Gliwice (Polska)

SPOSÓB WYTWARZANIA LAMINATÓW EPOKSYDOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania laminatów epoksydowych, zwłaszcza w postaci płyt, rur, prętów związanych i prasowanych lub innych wyprasek na nośnikach organicznych i nie-organicznych z zastosowaniem kompozycji epoksydowej.

Znany jest sposób wytwarzania laminatów epoksydowych polegający na stosowaniu do utwardzania żywicy epoksydowej roztworu dwucyjanodwuamidu w rozpuszczalniku organicznym z użyciem katalizatora. Ponieważ dwucyjanodwuamid jest krystalicznym związkiem trudnorozpuszczalnym w żywicy epoksydowej oraz rozpuszczalnikach używanych przy impregnacji nośnika, dlatego tworzą się kryształy dwucyjanodwuamidu w częściowo utwardzonym epoksydzie. W wyrobie powoduje to powstawanie pęcherzy zawierających dwucyjanodwuamid, co znacznie zmniejsza odporność wyrobu na wilgoć i jego własności termiczne i dielektryczne. Z opisu patentowego polskiego nr 94 698 znany jest laminat zawierający sprasowany w jednolitą całość układ warstw zewnętrznych z impregnowanej żywicą tkaniny szklanej oraz impregnowanej żywicą warstwy rdzeniowej papierowej, przy czym żywice epoksydowe z warstw zewnętrznych utwardza się utwardzaczem aminowym zwłaszcza dwuamidem kwasu dwucyjanowego a żywice epoksydowe w arkuszach rdzeniowych utwardzone są utwardzaczem bezwodnikowym.

Celem wynalazku jest usunięcie wspomnianych wyżej niedogodności przez zastosowanie nowego sposobu wytwarzania laminatów epoksydowych, polegającego na wprowadzeniu do kompozycji epoksydowej utwardzacza, którego zaletą jest dobra homogenizacja z żywicą i tym samym skrócenie czasu przygotowania kompozycji. Uzyskano nieoczekiwany efekt w jakości wyrobu końcowego zapewniający wysokie parametry elektryczne i mechaniczne laminatu.

Zgodnie z wynalazkiem sposób wytwarzania laminatów epoksydowych polega na sprasowaniu w warunkach wysokiego ciśnienia i temperatury układu zawierającego warstwy nośnika impregnowanego kompozycją epoksydową. Kompozycję epoksydową wytwarza się przez zmieszanie w temperaturze 30-50°C w stosunku wagowym od 1:0,08 do 1:0,4 żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej od 0,19 do 0,60 z utwardzaczem poli/metylenofenylo/aminą w rozpuszczalniku organicznym. Poli/metylenofenylo/aminę otrzymuje się przez kondensację aniliny z formaldehydem w środowisku kwaśnym. Zawiera ona co najmniej 50% wagowych 4,4'-dwo/aminofenylo/metanu. Wskazane jest dodanie do kom-

pozycji epoksydowej przyspieszacza w stosunku wagowym do żywicy epoksydowej 1:0,015 do 1:0,0025. Jako poli/metylofenylo/aminę stosuje się mieszaninę zawierającą 50 - 90% wagowych 4,4'-dwi/aminofenylo/metynu, 5 - 15% wagowych 2,4'-dwi/aminofenylo/metanu i 15 - 25% wagowych poliaryloamin. Wskazane jest stosowanie 70 - 80% roztworu poli/metylenofenylo/aminy w acetonie. Jako przyspieszcz stosuje się 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenol. W sposobie według wynalazku przynajmniej do jednej warstwy zewnętrznej laminatu przyłącza się folię metylową zwłaszcza folię miedzianą. Tak otrzymany laminat może być stosowany w przemyśle elektronicznym, elektrotechnicznym zwłaszcza w technice wytwarzania obwodów drukowanych.

Przedmiot wynalazku **przedstawiony** jest w niżej podanych przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. W mieszalniku z płaszczem grzejnym przygotowano kompozycję przez zmieszanie w stosunku wagowym 1:0,08 żywicy epoksydowej Epidian 202 z 76% roztworem acetonowym poli/metylenofenylo/aminy zawierającej 73% wagowych 4,4'-dwi/aminofenylo/metynu w 40°C. Przygotowaną kompozycją epoksydową nasycy się papier elektroizolacyjny z celulozy bielonej o gramaturze 125 g/cm² wstępnie nasycony roztworem wodno-metanolowym żywicy fenolowo-formaldehidowej. Zawartość żywicy epoksydowej w nasyconym papierze przeznaczonym na arkusze rdzeniowe laminatów wynosi 36 - 40%. Tkaninę szklaną o gramaturze 200 g/cm² przeznaczoną na arkusze przekładkowe laminatu powleka się znanymi **metodami** przygotowaną kompozycją epoksydową do zawartości żywicy 42 - 46%. Laminat wytwarza się przez sprasowanie w temperaturze 160°C i pod ciśnieniem 80 0,980665·10⁵ Pa w czasie 120 minut układu składającego się z 5 arkuszy rdzeniowych ułożonych między dwoma arkuszami przekładkowymi i jednym arkuszem folii miedzianej stanowiącej warstwę zewnętrzną.

P r z y k ł a d II. W mieszalniku z płaszczem grzejnym przygotowano kompozycję epoksydową przez zmieszanie w stosunku wagowym 1:0,008:0,0015 żywicy epoksydowej Epidian 202 z 75% roztworem poli/metylenofenylo/aminy zawierającym 70% 4,4'-dwi-/aminofenylo/metynu, 9% 2,4'-dwi/aminofenylo/metanu, 21% poliaryloamin i z 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenolem. Temperatura mieszania 42°C. Tak przygotowaną kompozycją powleka się znanymi metodami tkaninę szklaną wykończoną preparacją chemicznie czynną do zawartości żywicy w arkuszach rdzeniowych 34 - 40% i 40 - 45% w arkuszach przekładkowych. Pakiet składający się z 7 arkuszy rdzeniowych między dwoma arkuszami przekładkowymi prasuje się w temperaturze 170°C pod ciśnieniem 50·0,980665·10⁵ Pa w czasie 120 minut.

P r z y k ł a d III. Na warstwę zewnętrzną pakietu arkuszy przygotowanego metodą opisaną w przykładzie II nakłada się z jednej lub **dwóch** stron arkusz folii miedzianej i prasuje metodą podaną w przykładzie II.

P r z y k ł a d IV. Kompozycją przygotowaną jak w przykładzie I nasycy się papier elektroizolacyjny wstępnie nasycony roztworem wodno-metanolowym żywicy fenolowoformaldehidowej do zawartości żywicy epoksydowej około 35 - 40% w nośniku przeznaczonym na arkusze rdzeniowe i 42 - 46% w nośniku przeznaczonym na arkusze przekładkowe. Pakiet składający się z 5 arkuszy nośnika rdzeniowego i 2 arkuszy nośnika przekładkowego w przypadku laminatów foliowanych miedzią jednego lub dwóch arkuszy folii miedzianej prasuje się w temperaturze 160°C pod ciśnieniem 80·0,980665·10⁵ Pa w czasie 120 minut.

P r z y k ł a d V. W mieszalniku z płaszczem grzejnym przygotowano kompozycję epoksydową przez zmieszanie w stosunku wagowym 1:0,009 żywicy epoksydowej 11S z 75% acetonowym roztworem poli/metylenofenylo/aminy zawierającym 75% 4,4'-dwi/aminofenylo/metanu w temperaturze 45°C. Tak przygotowaną kompozycję używa się do wytwarzania laminatów sposobami jak w przykładach I, II, III. Wykonane laminaty charakteryzują się podwyższoną odpornością na palenie.

P r z y k ł a d VI. Kompozycję przygotowaną według receptury z przykładu I nasycy się nośnik z nietkanego materiału szklanego typu maty do zawartości żywicy epoksydowej 40 ± 5%. Tak przygotowany nośnik stanowi rdzeń laminatu. Jako arkusze przekładkowe stosuje się tkaninę szklaną nasyconą metodą opisaną w przykładzie II. Pakiet składający się z 5 arkuszy rdzeniowych między dwoma arkuszami przekładki i prasuje się w temperaturze 170°C pod ciśnieniem w czasie 120 minut.

P r z y k ł a d VII. Kompozycję przygotowaną według receptury z przykładu II nasycą się nośnik z nietkanego materiału szklanego typu maty do zawartości żywicy epoksydowej $45 \pm 5\%$. Tak przygotowany nośnik stanowi rdzeń laminatu. Jako arkusze przekładkowe stosuje się tkaninę szklaną nasycaną do zawartości $42 \pm 2\%$ żywicy epoksydowej. Pakiet składający się z 5 arkuszy rdzeniowych umieszczonych między dwoma arkuszami przekładki i dwoma arkuszami folii miedzianej prasuje się w temperaturze 170°C pod ciśnieniem $50 \cdot 0,980665 \cdot 10^5$ Pa w czasie 120 minut.

P r z y k ł a d VIII. Kompozycję przygotowaną według receptury z przykładu V nasycą się matą szklaną do zawartości żywicy $45 \pm 5\%$. Tak przygotowany nośnik stanowi rdzeń laminatu. Jako arkusze przekładkowe stosuje się tkaninę szklaną przygotowaną według receptury z przykładu V. Pakiet składający się z 5 arkuszy rdzeniowych umieszczonych między dwoma arkuszami przekładkowymi i jednym arkuszem folii miedzianej prasuje się w temperaturze 170°C pod ciśnieniem $50 \cdot 0,980665 \cdot 10^5$ Pa w czasie 120 minut. Laminaty wykonane według przykładów VI do VIII są znacznie tańsze od laminatów wykonanych z tkaniny szklanej. Laminaty te charakteryzują się doskonałą wykrawalnością i obrabialnością mechaniczną, jest to wynikiem zastosowania nośnika rdzeniowego o nieuprzywilejowanym kierunku wytrzymałościowym.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania laminatów epoksydowych polegający na sprasowaniu w warunkach wysokiego ciśnienia i temperatury układu zawierającego warstwy nośnika impregnowanego kompozycją epoksydową, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się kompozycję epoksydową wytwarzaną przez mieszanie w temperaturze $30 - 50^{\circ}\text{C}$ w stosunku wagowym od 1:0,08 do 1:0,4 żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej od 0,19 do 0,60 z utwardzaczem stanowiącym poli/metylenofenylo/aminę w rozpuszczalniku organicznym, otrzymaną przez kondensację aniliny z formaldehydem w środowisku kwaśnym i zawierającym co najmniej 50% wagowych 4,4'-dwu/aminofenylo/metanu.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że do kompozycji epoksydowej dodaje się przyspieszacz w stosunku wagowym do żywicy epoksydowej od 1:0,015 do 1:0,0025.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako poli/metylenofenylo/aminę stosuje się mieszaninę zawierającą 50 - 90% wagowych 4,4'-dwu/aminofenylo/metanu, 5 - 15% wagowych 2,4'-dwu/aminofenylo/metanu i 15 - 25% wagowych poliaryloamin.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się 70 - 80% roztwór poli/metylenofenylo/aminy w acetonie.

5. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m, że jako przyspieszacz stosuje się 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenol.

6. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że przynajmniej do jednej warstwy zewnętrznej laminatu przyłączona jest folia metalowa.

7. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako folię metalową stosuje się folię miedzianą.