



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103408904 A

(43) 申请公布日 2013. 11. 27

(21) 申请号 201310280000. 7

*B32B 27/04* (2006. 01)

(22) 申请日 2013. 07. 04

*B32B 27/38* (2006. 01)

(71) 申请人 东莞上海大学纳米技术研究院

地址 523000 广东省东莞市松山湖科技产业  
园松科苑 9 号楼一楼

申请人 上海大学

(72) 发明人 施利毅 付继芳 陈立亚 余文琪

贾海森 董星

(74) 专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限

公司 11212

代理人 吴英彬

(51) Int. Cl.

*C08L 63/02* (2006. 01)

*C08L 63/04* (2006. 01)

*C08L 63/00* (2006. 01)

*C08K 9/06* (2006. 01)

*C08K 3/36* (2006. 01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制  
备方法及制品

(57) 摘要

本发明公开了一种高稳定分散的纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其由以下重量份数的组份制成,环氧树脂50-80份、固化剂30-60份、固化促进剂0-3份、改性纳米二氧化硅1-20份、分散剂0-5份、消泡剂0-3份;本发明还提供了其制备方法及其制品。高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其在固化后,具有低吸水率,较低的介电常数和介质损耗,较高的玻璃转化温度,优良的机械性能。

1. 一种高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,其由以下重量份数的组份制成,环氧树脂 50-80 份、固化剂 30-60 份、固化促进剂 0-3 份、改性纳米二氧化硅 1-20 份、分散剂 0-5 份、消泡剂 0-3 份。

2. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述环氧树脂为双酚 F 型环氧树脂、双酚 A 型环氧树脂、酚醛环氧树脂、双酚 s 型中的一种或多种的混合物。

3. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述固化剂为甲基六氢苯酚、甲基四氢苯酚、酚醛树脂中的一种或多种混合物。

4. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述固化促进剂为咪唑类促进剂。

5. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述改性纳米二氧化硅为经表面处理过的改性纳米二氧化硅,改性纳米二氧化硅表面改性剂为常规偶联剂 KH570, KH560, 六甲基二硅胺烷, 二甲基二氯硅烷, 聚二甲基硅氧烷中的一种或几种的混合,所述改性剂用量为纳米二氧化硅粉体质量的 1-5%。

6. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述分散剂是溶剂型或无溶剂型润湿分散剂中的一种或多种的混合。

7. 根据权利要求 1 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其特征在于,所述消泡剂为有机硅、无机硅的聚硅氧烷、无硅消泡聚丙烯酸酯的聚合物溶液和聚醚中的一种或多种的混合。

8. 一种制备权利要求 1~7 之一所述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的方法,其特征在于,其包括以下步骤:

(1) 将环氧树脂、改性纳米二氧化硅、分散剂及溶剂用高速分散机进行预分散 10-30min,得到混合液 A;

(2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 10min-3h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

(3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 10min-1h,得到混合液 C;

(4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂,固化促进剂,消泡剂,混合均匀制得高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物。

9. 根据权利要求 8 所述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法,其特征在于,所述溶剂为丁酮、丙酮或环己酮之一。

10. 一种采用权利要求 1~7 之一所述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制品,其特征在于,其为半固化片,该半固化片为预浸渍面料半固化片,其包括玻纤布多孔基材及通过含浸干燥之后附着在基材上的纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物胶液。

## 改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及其制品

### 技术领域

[0001] 本发明涉及新型化学功能材料领域,具体涉及一种高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及其制品。

### 技术背景:

[0002] 随着信息科学技术的发展,电子设备向细微化、高性能化方向发展,超大规模、超高速、超薄、超高精细度成为新一代集成电路的发展趋势,因此必须提高覆铜板和半导体封装的基体材料的性能。对这些基体材料的性能基本要求包括:耐高温;固化过程中收缩率小,使用过程中尺寸变化小;高强度,适应高温下加工和安装工艺要求。由此可见,作为基体的树脂的环氧树脂,要求其在固化后,具有低吸水率,较低的介电常数和介质损耗,较高的玻璃转化温度,优良的机械性能。

### 发明内容:

[0003] 本发明的目的是针对上述不足,提供一种高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,以及该组合物的制备方法及制品。

[0004] 本发明实现上述目的所采用的技术方案是:

[0005] 一种高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物其由以下重量份数的组份制成:环氧树脂 50-80 份、固化剂 30-60 份、固化促进剂 0-3 份、纳米二氧化硅 1-20 份、分散剂 0-5 份、消泡剂 0-3 份。

[0006] 所述环氧树脂为双酚 F 型环氧树脂、双酚 A 型环氧树脂、酚醛环氧树脂、双酚 s 型中的一种或多种的混合物,所述环氧树脂还可为联苯型环氧树脂、间苯二酚环氧树脂、双环戊环氧树脂、酚醛环氧树脂、聚乙二醇型环氧树脂、异氰酸酯环氧树脂、1,1,2,2-四(对羟基苯基)乙烷四缩水甘油醚环氧树脂、多官能环氧树脂、溴化环氧树脂、三酚基甲烷三缩水甘油醚环氧树脂、海因环氧树脂中的一种或多种的混合物。

[0007] 所述固化剂为甲基六氢苯酐、甲基四氢苯酐、酚醛树脂中的一种或多种混合物。

[0008] 所述固化促进剂为咪唑类促进剂,2-甲基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑、2-苯基咪唑和 2-乙基-4-苯基咪唑中的一种或几种的混合物,所述固化促进剂还可为咪唑类促进剂,氰乙基-2-乙基-4-甲基咪唑、2-十一烷基咪唑;伯、仲与季胺、季铵盐和磷胺盐,苄基二甲胺、溴化丁基三苯基磷盐和 4,4'-及 3,3'-二氨基二苯砜;过氧化类引发剂、偶氮类引发剂和有机金属盐或络合物;或路易斯酸。

[0009] 所述纳米二氧化硅为经表面处理过的改性纳米二氧化硅,改性纳米二氧化硅表面改性剂为常规偶联剂 KH570, KH560, 六甲基二硅胺烷,二甲基二氯硅烷,聚二甲基硅氧烷中的一种或几种的混合,所述改性剂用量为纳米二氧化硅粉体质量的 1-5%;所述纳米二氧化硅粒径为 7-100nm,优选为 10-50nm;所述改性剂还可为常规偶联剂 KH590, A151。

[0010] 所述分散剂是溶剂型或无溶剂型润湿分散剂中的一种或多种的混合。

[0011] 所述消泡剂为有机硅、无机硅的聚硅氧烷、无硅消泡聚丙烯酸酯的聚合物溶液和

聚醚中的一种或多种的混合。

[0012] 一种制备上述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的方法,其包括以下步骤:

[0013] (1) 将环氧树脂、改性纳米二氧化硅、分散剂及溶剂用高速分散机进行预分散 10-30min,得到混合液 A;

[0014] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 10min-3h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0015] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 10min-1h,得到混合液 C;

[0016] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂,固化促进剂,消泡剂和溶剂,混合均匀制得高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物。

[0017] 所述溶剂为丁酮、丙酮或环己酮。

[0018] 一种采用上述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制品,所述制品为半固化片,该半固化片为预浸渍面料半固化片,其包括玻纤布多孔基材及通过含浸干燥之后附着在基材上的纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物胶液。

[0019] 本发明的有益效果是:本发明提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其在固化后,具有低吸水率,较低的介电常数和介质损耗,较高的玻璃转化温度,优良的机械性能;本发明提供的制备方法,条件容易控制、便于实现产业化;其制品应用广泛、物理化学性能优异。

### 具体实施方式

[0020] 实施例 1:本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,其由以下重量份数的组份制成:环氧树脂 50-80 份、固化剂 30-60 份、固化促进剂 0-3 份、纳米二氧化硅 1-20 份、分散剂 0-5 份、消泡剂 0-3 份。

[0021] 所述环氧树脂为双酚 F 型环氧树脂、双酚 A 型环氧树脂、酚醛环氧树脂、双酚 s 型中的一种或多种的混合物,所述环氧树脂还可为联苯型环氧树脂、间苯二酚环氧树脂、双环戊环氧树脂、酚醛环氧树脂、聚乙二醇型环氧树脂、异氰酸酯环氧树脂、1,1,2,2-四(对羟基苯基)乙烷四缩水甘油醚环氧树脂、多官能环氧树脂、溴化环氧树脂、三酚基甲烷三缩水甘油醚环氧树脂、海因环氧树脂中的一种或多种的混合物。

[0022] 所述固化剂为甲基六氢苯酐、甲基四氢苯酐、酚醛树脂中的一种或多种混合物。

[0023] 所述固化促进剂为咪唑类促进剂:2-甲基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑、2-苯基咪唑和 2-乙基-4-苯基咪唑中的一种或几种的混合物,所述固化促进剂还可为氰乙基-2-乙基-4-甲基咪唑、2-十一烷基咪唑;伯、仲与季胺、季铵盐和磷胺盐,苄基二甲胺、溴化丁基三苯基膦盐和 4,4'-及 3,3'-二氨基二苯砜;过氧化类引发剂、偶氮类引发剂和有机金属盐或络合物;或路易斯酸。

[0024] 所述纳米二氧化硅为经表面处理过的改性纳米二氧化硅,改性纳米二氧化硅表面改性剂为常规偶联剂 KH570, KH560, 六甲基二硅胺烷,二甲基二氯硅烷,聚二甲基硅氧烷中的一种或几种的混合,所述改性剂用量为纳米二氧化硅粉体质量的 1-5%;所述纳米二氧化硅粒径为 7-100nm,优选为 10-50nm;所述改性剂还可为常规偶联剂 KH590, A151。

[0025] 所述分散剂是溶剂型或无溶剂型润湿分散剂中的一种或多种的混合。

[0026] 所述消泡剂为有机硅、无机硅的聚硅氧烷、无硅消泡聚丙烯酸酯的聚合物溶液和聚醚中的一种或多种的混合。

[0027] 一种制备上述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的方法,其包括以下步骤:

[0028] (1) 将环氧树脂、改性纳米二氧化硅、分散剂及溶剂用高速分散机进行预分散 10-30min,得到混合液 A;

[0029] (2) 将步骤(1)所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 10min-3h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0030] (3) 将步骤(2)混合液 B 进行超声分散 10min-1h,得到混合液 C;

[0031] (4) 向步骤(3)混合液 C 加入固化剂,固化促进剂,消泡剂和丙酮溶剂,混合均匀制得高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物。

[0032] 所述溶剂为丁酮、丙酮或环己酮。

[0033] 一种采用上述高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制成的制品,所述制品为半固化片,该半固化片为预浸渍面料半固化片,其包括玻纤布多孔基材及通过含浸干燥之后附着在基材上的纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物胶液,该玻纤布多孔基材为 7628 型玻纤布等。

[0034] 实施例 2:本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及制品,其组分和步骤均与实施例 1 相同,其不同之处在于:

[0035] 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,由以下重量份数组份制成:双酚 F 型环氧树脂 50 份、KH570 改性的纳米二氧化硅 10 份、溶剂型分散剂 0.15 份、固化剂甲基六氢苯酐 36 份、固化促进剂 2-甲基咪唑 0.1 份、有机硅消泡剂 0.5 份,和适量丙酮溶剂,其中纳米二氧化硅粒径为 7nm。

[0036] 该高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法,其包括以下步骤:

[0037] (1) 将双酚 F 型环氧树脂 50 份、KH570 改性纳米二氧化硅 10 份、溶剂型分散剂 0.15 份及 10ml 丙酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min,得到混合液 A;

[0038] (2) 将步骤(1)所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0039] (3) 将步骤(2)混合液 B 进行超声分散 30min,得到混合液 C;

[0040] (4) 向步骤(3)混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酐 36 份,固化促进剂 2-甲基咪唑 0.1 份,有机硅消泡剂 0.5 份和适量丙酮溶剂,搅拌、配成固含量为 65%的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液。

[0041] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液,并在 155 度烘箱中烘 5 分钟,除去溶剂,制成半固化片试样。

[0042] 实施例 3:本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及制品,其组分和步骤均与实施例 1、2 相同,其不同之处在于:

[0043] 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,由以下重量份数组份制成:双酚 A 型环氧树脂 60 份、KH560 改性的纳米二氧化硅 1 份、无溶剂型润湿分散剂 0.15 份、固化剂甲基六氢苯酐 44 份、固化促进剂 2-乙基-4-甲基咪唑 1 份、消泡剂无机硅

的聚硅氧烷 0.5 份,和适量丁酮溶剂,其中纳米二氧化硅粒径为 50nm。

[0044] 该高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法,其包括以下步骤:

[0045] (1) 将双酚 A 型环氧树脂 60 份、KH560 改性纳米二氧化硅 10 份、无溶剂型润湿分散剂 0.15 份及 10ml 丁酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min,得到混合液 A;

[0046] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0047] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min,得到混合液 C;

[0048] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 44 份,固化促进剂 2-甲基咪唑 0.1 份,消泡剂 0.5 份和适量丁酮溶剂,搅拌、配成固含量为 65% 的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液。

[0049] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液,并在 155 度烘箱中烘 5 分钟,除去溶剂,制成半固化片试样。

[0050] 实施例 4:本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及其制品,其组分和步骤均与实施例 1、2、3 相同,其不同之处在于:

[0051] 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,由以下重量份数组份制成:双酚 s 型环氧树脂 80 份、六甲基二硅胺烷改性的纳米二氧化硅 20 份、溶剂型分散剂 0.1 份、固化剂甲基六氢苯酚 60 份、固化促进剂 2-苯基咪唑 2 份、消泡剂 0.5 份,和适量环己酮溶剂,其中纳米二氧化硅粒径为 12nm。

[0052] 该高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法,其包括以下步骤:

[0053] (1) 将双酚 s 型环氧树脂 80 份、六甲基二硅胺烷改性的纳米二氧化硅 20 份、溶剂型分散剂 0.1 份及 10ml 环己酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min,得到混合液 A;

[0054] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h,分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0055] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min,得到混合液 C;

[0056] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 60 份,固化促进剂 2-苯基咪唑 2 份,消泡剂 0.5 份和适量环己酮溶剂,搅拌、配成固含量为 65% 的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液。

[0057] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液,并在 155 度烘箱中烘 5 分钟,除去溶剂,制成半固化片试样。

[0058] 实施例 5:本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及其制品,其组分和步骤均与实施例 1、2、3、4 相同,其不同之处在于:

[0059] 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物,由以下重量份数组份制成:酚醛环氧树脂 60 份、二甲基二氯硅烷改性的纳米二氧化硅 5 份、固化剂甲基六氢苯酚 30 份、固化促进剂 2-乙基-4-苯基咪唑 3 份、消泡剂 0.5 份,和适量丁酮溶剂,其中纳米二氧化硅粒径为 12nm。

[0060] 该高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法,其包括以下步骤:

[0061] (1) 将酚醛环氧树脂 60 份、二甲基二氯硅烷改性的纳米二氧化硅 5 份及 10ml 丁酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min, 得到混合液 A;

[0062] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h, 分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0063] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min, 得到混合液 C;

[0064] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 30 份, 固化促进剂 2- 乙基 -4- 苯基咪唑 3 份, 消泡剂 0.5 份和适量丁酮溶剂, 搅拌、配成固含量为 65% 的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液。

[0065] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液, 并在 155 度烘箱中烘 5 分钟, 除去溶剂, 制成半固化片试样。

[0066] 实施例 6: 本实施例提供的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物、制备方法及其制品, 其组分和步骤均与实施例 1、2、3、4、5 相同, 其不同之处在于:

[0067] 所述的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物, 由以下重量份数组份制成: 酚醛环氧树脂 60 份、聚二甲基硅氧烷改性的纳米二氧化硅 1 份、溶剂型分散剂 5 份、固化剂甲基六氢苯酚 35 份、固化促进剂 2- 甲基咪唑 0.1 份、消泡剂 0.5 份, 和适量丁酮溶剂, 其中纳米二氧化硅粒径为 100nm。

[0068] 该高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的制备方法, 其包括以下步骤:

[0069] (1) 将酚醛环氧树脂 60 份、六甲基二硅胺烷改性的纳米二氧化硅 0 份、分散剂 0.15 份及 10ml 丁酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min, 得到混合液 A;

[0070] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h, 分离得到环氧树脂和改性纳米二氧化硅的混合液 B;

[0071] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min, 得到混合液 C;

[0072] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 35 份, 固化促进剂 2- 甲基咪唑 0.1 份, 消泡剂 0.5 份和适量丁酮溶剂, 搅拌、配成固含量为 65% 的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液。

[0073] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液, 并在 155 度烘箱中烘 5 分钟, 除去溶剂, 制成半固化片试样。

[0074] 对比实施例 1: 本实施例提供的树脂溶液, 其由以下组份及步骤制成:

[0075] 所述的树脂组合物, 由以下重量份数组份制成: 双酚 A 型环氧树脂 60 份、二氧化硅 20 份、分散剂 1.5 份、甲基六氢苯酚 44 份、2- 甲基咪唑 0.1 份、消泡剂 0.5 份, 和适量丁酮溶剂, 其中二氧化硅粒径为 50nm。

[0076] 该树脂溶液的制备方法, 其包括以下步骤:

[0077] (1) 将双酚 A 型环氧树脂 60 份、二氧化硅 20 份、分散剂 1.5 份及 10ml 丁酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min, 得到混合液 A;

[0078] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h, 分离得到环氧树脂和纳米二氧化硅的混合液 B;

[0079] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min, 得到混合液 C;

[0080] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 44 份, 固化促进剂 2- 甲基咪唑

0.1 份,消泡剂 0.5 份和适量丁酮溶剂,搅拌、配成固含量为 65%的树脂溶液。

[0081] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液,并在 155 度烘箱中烘 5 分钟,除去溶剂,制成半固化片试样。

[0082] 对比实施例 2:本实施例提供的树脂溶液,其由以下组份及步骤制成:

[0083] 所述的树脂组合物,由以下重量份数组份制成:酚醛环氧树脂 60 份、二氧化硅 20 份、分散剂 1.2 份、甲基六氢苯酚 35 份、2- 甲基咪唑 0.1 份、消泡剂 0.5 份,和适量丁酮溶剂,其中二氧化硅粒径为 50nm。

[0084] 该树脂溶液的制备方法,其包括以下步骤:

[0085] (1) 将酚醛环氧树脂 60 份、二氧化硅 20 份、分散剂 1.2 份及 10ml 丁酮溶剂用高速分散机进行预分散 10min,得到混合液 A;

[0086] (2) 将步骤 (1) 所述混合液 A 转入砂磨机进一步分散 1h,分离得到环氧树脂和纳米二氧化硅的混合液 B;

[0087] (3) 将步骤 (2) 混合液 B 进行超声分散 30min,得到混合液 C;

[0088] (4) 向步骤 (3) 混合液 C 加入固化剂甲基六氢苯酚 35 份,固化促进剂 2- 甲基咪唑 0.1 份,消泡剂 0.5 份和适量丁酮溶剂,搅拌、配成固含量为 65%的树脂溶液。

[0089] 用 7628 型玻纤布含浸上述树脂溶液,并在 155 度烘箱中烘 5 分钟,除去溶剂,制成半固化片试样。

[0090] 分别对实施例 2 至 6 所制得的高稳定分散的改性纳米二氧化硅填充环氧树脂组合物的树脂溶液进行测试结果见表 1。

[0091] 表 1

[0092]

项目	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实施 例 5	实施 例 6	对比 实施 例 1	对比 实施 例 2
环氧树脂乳液储存稳定性(室温,粘度 < 300mpa.s)	> 3 个月	> 3 个月	> 3 个月	> 3 个月	> 3 个月	分层	分层

[0093]



Tg (°C)	170	175	185	187	158	165	160
热膨胀系数	2.7	2.6	2.8	2.5	3.2	2.9	3.0
剥离强度 (N/mm)	1.65	1.60	1.70	1.65	1.54	1.55	1.53
弯曲强度 (N/mm <sup>2</sup> )	460	450	456	445	420	430	425
介电常数	4.2	4.5	4.0	4.8	4.6	4.7	4.9
介质损耗因 子	0.005	0.006	0.004	0.005	0.008	0.008	0.007
PCT 吸水率 (重量%)	0.25	0.23	0.26	0.28	0.34	0.32	0.35

[0094] 以上特性的测试方法如下：

[0095] 1. 玻璃转化温度 (Tg) :根据差示扫描量热法,按照 IPC-TM-6502. 4. 25 所规定的 DSC 方法进行测定。

[0096] 2. 热膨胀系数 :按照 IPC-TM-6502. 4. 24 所规定的方法进行测试

[0097] 3. 剥离强度 :按照 IPC-TM-6502. 4. 8 方法中的“热应力后”实验条件进行测试。

[0098] 4. 介电常数和介质损耗因子 :根据使用条状线的共振法,按照 IPC-TM-6502. 5. 5. 9 所规定的方法进行测试。

[0099] 5. 吸水性 :按照 IPC-TM-6502. 6. 2. 1 所规定的方法进行测试。

[0100] 6. 弯曲强度 :按照 IPC-TM-6502. 4. 4 所规定的方法,在室温下把负载施加于规定尺寸和形状试样上的弯曲强度。

[0101] 由表 1 的性能参数可知,本发明提供的材料及制品具有低吸水性,较低的介电常数和介质损耗,较高的玻璃转化温度,优良的机械性能。

[0102] 但以上所述仅为本发明的较佳可行实施例,并非用以局限本发明的专利范围,故凡运用本发明说明书记载的组分、配比及步骤等内容所作的等效变化,均包含在本发明的保护范围内。