



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223326
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 L 63/00

(22) Přihlášeno 15 03 82
(21) (PV 1759-82)

(40) Zveřejněno 31 12 82

(45) Vydáno 15 03 86

(75)
Autor vynálezu

JEŘÁBEK OLDŘICH ing., KROUPA JIŘÍ dipl. tech., WIESNER IVO ing.,
ÚSTÍ nad Labem, GALÍKOVÁ ANNA ing. CSc., PRAHA

(54) Hmota pro pouzdření, zejména optoelektronických prvků

1

2

Hmota pro pouzdření, zejména optoelektronických prvků. Vynález se týká oboru elektroniky, zejména pouzdření zářivých elektronických součástek. Vynález řeší problém snadno zpracovatelné hmoty s vysokými kvalitními parametry. Podstatou vynálezu je hmota pro pouzdření, připravitelná vytvrzením epoxidové pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností. Vynálezu může být využito v oboru elektrotechniky.

Vynález se týká hmoty pro pouzdření zejména optoelektronických prvků.

Optoelektronické prvky je nutno chránit před nežádoucími vlivy okolí, jako je teplo, otřesy, vlhkost, prach, korodující plyny atd., aby bylo možno zajistit jejich normální funkci i za ztížených pracovních podmínek. Jedním ze způsobů ochrany optoelektronických prvků je obalení prvku vrstvou netavitelné a nerozpustné pryskyřičné vrstvy vhodné tloušťky, která izoluje prvek od nežádoucích vlivů okolí, maximálně propouští světlo v přesně definovaných vlnových délkách, ale nebrání jeho pracovní funkci. Nejvhodnějším způsobem nanášení je například zakapávání prvku kapalnou kompozicí, sestávající z epoxidové pryskyřice a polyaminického nebo iontového tvrdidla. Proti jiným pouzdrícím systémům má epoxidová zalévací látka četné přednosti. Pro pouzdrění lze prakticky použít například polykarbonát, polymethylmethakrylát, polystyren atd. Tyto zastríkovací materiály musí však být před zastríknutím vyhřáty na teploty přes 200 °C. Při této teplotě může již nastat poškození polovodičového prvku. Lící pryskyřice polyesterové ve srovnání s dianovými jsou obtížně zpracovatelné především pro svou krátkou životnost. Podle známého stavu techniky se zakapávání provádí kompozicí sestávající z technického bis-glycidyletheru dianu a polyaminického tvrdidla zejména diethylentriaminu nebo dipropylenetriaminu. Tento zalévací systém má proti dosavadním zahraničním systémům, které pracují vesměs s anhydridickými tvrdidly, tu přednost, že vytvrzovací doba je jen několik minut proti hodinám při cca o 50 °C nižší teplotě. Přes dobré výsledky dosahované při ochraně optoelektronických prvků zakapnutím hmotou podle známého stavu techniky nese s sebou tento způsob některé nedostatky, které bylo nutno překonat. Nejzávažnějším nedostatkem je vysoká krystalizační tendence bis-glycidyletheru dianu, způsobující obtíže při jeho zpracování, a nežádoucí nehomogenity v procesu vytvrzování. Technický bis-glycidylether dianu se připravuje molekulární destilací nízkomolekulárních epoxidových pryskyřic, kdy z pryskyřice destiluje nejen bis-glycidylether dianu, ale i řada nízkomolekulárních nečistot, vznikajících v procesu výroby výchozí epoxidové pryskyřice. Množství těchto nečistot v technickém bis-glycidyletheru dianu se pohybuje obvykle mezi 3 až 5 % hmot. a nežádoucím způsobem ovlivňuje jak proces zpracování, tak i parametry vytvrzené hmoty, především navlhavost a vnitřní pnutí. Snížením obsahu uvedených nečistot, například rafinací, se získá prakticky čistý bis-glycidylether dianu, který však z taveniny velmi rychle krystaluje a vytvrzování při teplotě místnosti je pak velmi obtížné až nemožné. Řešení uvedených problémů nebylo zatím popsáno.

Nyní jsme našli, že nedostatky známého

stavu techniky lze odstranit hmotou podle vynálezu, jejíž podstata spočívá v tom, že je tvořena produktem vulkanizace nízkomolekulární epoxidové pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových vlastností, jejíž střední molekulová hmotnost je 350 až 370, obsah epoxidových skupin 0,540 až 0,575 mol/g, hodnota frekvenčního faktoru P_{90} 0,259 až 0,280 mol/100 g, hodnota distribuční konstanty K_1 2,310 až 2,550, obsahující popřípadě 0,001 až 0,01 % hmot. organických barviv, zejména komplexů 1-(2-pyridylazo)-2-naftolu nebo dimethylglyoximu s niklem nebo paládiem, stechiometrickým množstvím alifatického nebo cykloalifatického polyaminu o molekulové hmotnosti 103 až 210, aminovém čísle 530 až 1632 mg KOH/g a hmotnostním vodíkovým ekvivalentu 20 až 53.

Nízkomolekulární epoxidová pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností se připravuje extraktivní frakcionací nízkomolekulárních epoxidů, působením parafinických nebo cyklických uhlovodíků, postupem popsáním v AO číslo 218 838.

Hmotu pro ochranu optoelektronických prvků může být případně vybarvena vhodným barvivem rozpustným v epoxidové pryskyřici nebo směsí barviv, jestliže je požadováno, aby optoelektronický prvek vyzařoval světlo určité vlnové délky. Vhodnými barvivy jsou například pro zelené světlo (565 nm) paládiový komplex 1-(2-pyridylazo)-2-naftolu, pro žluté světlo (585 nm) je to komplex niklu s dimethylglyoximem a pro červené světlo (640 nm) je to niklový komplex 1-(2-pyridylazo)-2-naftolu, ale i různá komerční barviva rozpustná v epoxidových pryskyřicích a splňující přesně optické vlastnosti.

Vytvrzování se provádí obvykle při teplotách 15 až 30 °C, přičemž se v roli tvrdidel používá s výhodou diethylentriamin, dipropylenetriamin, isoforondiamin, mentandiamin, xylilendiamin, diaminocyklohexanon, diaminodicyklohexymethan, trimethylhexamethylendiamin a další polyaminy. Vytvrzování se provádí ve stechiometrickém poměru, tj. v mezích 98 až 102 % teorie, vztaženo na obsah epoxidových skupin.

Výhodou hmoty podle vynálezu je nízká navlhavost, nepřevyšující 0,2 %, výborné mechanické parametry, které převyšují jak parametry vytvrzeného bis-glycidyletheru dianu, tak i vytvrzených nízkomolekulárních pryskyřic. Zásahu na tom má vhodně dimenzovaná polymerní síť, vznikající díky upravené distribuční křivce molekulových hmotností použité epoxidové pryskyřice. Nepřímou výhodou, uplatňující se zejména při zpracování nevytvrzené kompozice, je nepatrná tendence ke krystalizaci, a to i při dlouhodobém skladování samotné pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností.

Příklad 1

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností, o střední molekulové hmotnosti 368, obsahu epoxidových skupin 0,544 mol/100 g, hodnotě P_{n_0} 0,263 mol/100 g a K_1 2,351, se mísí s 2,86 g 0,2% roztoku 1-(pyridylazo)-2-naftolátu niklu v chloroformu. Z homogenní směsi se za sníženého tlaku odpaří těkavé složky (chloroform, vlhkost), čímž se získá 0,0056% roztok barviva. K takto upravené pryskyřici červené barvy se přidá 14,3 g bezvodého dipropylentriaminu a důkladně promísená směs se použije k zakápnutí optoelektronického prvku, načež se zákap nechá při 105 °C vytvrdit po dobu 5 až 15 minut za nepřístupu vlhkosti a CO₂. Vytvrzená hmota má tyto parametry:

pevnost v tahu	65,3 mPa
tažnost	3,3 %
rázová houževnatost	32,2 kJ/m ²
nasákavost	0,10 %
lineární smrštění	0,16 %

Příklad 2

100 g nízkomolekulární epoxidové pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností, o střední molekulové hmotnosti 350, obsahu epoxidových skupin 0,572 mol/100 g, hodnotou P_{n_0} 0,277 mol/100 g a K_1 2,521 se mísí s 20 g 0,05% roztoku dimethylglyoximátu niklu v chloroformu a homogenní směs se za sníženého tlaku zbaví těkavých složek. Ke žlutě vybarvené pryskyřici se přidá 600 g vysušené nebarvené pryskyřice stejných vlastností, čímž se získá roztok barviva o koncentraci 0,00214 %. 100 g této směsi se důkladně rozmíchá s 24,4 g isoforondiaminu a provede se zakápnutí optoelektronického prvku. Vytvrzení je ukončeno po 30 hodinách při 28 až 30 °C. Vytvrzená hmota má tyto parametry:

pevnost v tahu	72,3 mPa
tažnost	1,8 %
rázová houževnatost	22,5 kJ/m ²
nasákavost	0,07 %
lineární smrštění	0,18 %

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Hmota pro pouzdrění zejména optoelektronických prvků vyznačená tím, že je tvořena produktem vulkanizace nízkomolekulární epoxidové pryskyřice s upravenou distribuční křivkou molekulových hmotností, o střední molekulové hmotnosti 350 až 370, obsahu epoxidových skupin 0,540 až 0,575 mol/100 g, hodnotě frekvenčního faktoru P_{n_0} 0,259 až 0,280 mol/100 g a hodnotě distribuční konstanty K_1 2,310 až 2,550, obsahu-

jící případně 0,001 až 0,01 % hm. organických barviv, zejména kovových komplexů dimethylglyoximu nebo 1-(2-pyridylazo)-2-naftolu s niklem nebo paládiem, stechiometrickým množstvím alifatického nebo cykloalifatického polyaminu o molekulové hmotnosti 103 až 210, aminovém čísle 530 až 1632 mg KOH/g a hmotnostním vodíkovým ekvivalentu 20 až 53.