



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115667373 B

(45) 授权公告日 2024. 10. 18

(21) 申请号 202180037634.2	(73) 专利权人 3M创新有限公司
(22) 申请日 2021.05.18	地址 美国明尼苏达州
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 115667373 A	(72) 发明人 克莱尔·哈特曼-汤普森
(43) 申请公布日 2023.01.31	(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限 责任公司 11219
(30) 优先权数据 63/031,159 2020.05.28 US	专利代理师 郭国清 宫方斌
(85) PCT国际申请进入国家阶段日 2022.11.24	(51) Int.Cl. C08G 77/60 (2006.01) C08L 83/16 (2006.01)
(86) PCT国际申请的申请数据 PCT/IB2021/054286 2021.05.18	(56) 对比文件 EP 1661934 A1, 2006.05.31
(87) PCT国际申请的公布数据 W02021/240302 EN 2021.12.02	审查员 刘晓波

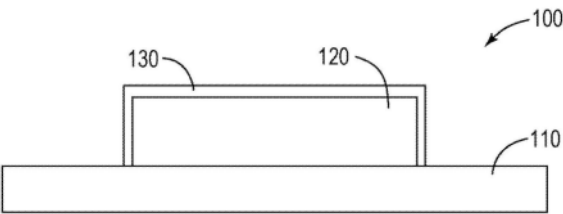
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54) 发明名称

可固化组合物、由其形成的反应产物及包含该反应产物的电子制品

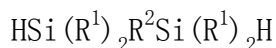
(57) 摘要

本发明公开了一种可固化组合物,其包含:至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷、至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷和至少一种氢化硅烷化反应催化剂。 m 为大于或等于2的整数, n 为大于或等于2的整数,并且 $m+n$ 为至少5。还公开了一种固化反应产物和包含其的电子制品。



1. 一种可固化组合物,所述可固化组合物包含以下组分:

a) 至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中 m 为大于或等于2的整数,其中所述至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷由下式表示:



其中:

每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;并且

每个 R^2 独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团;

b) 至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中 n 为大于或等于2的整数,其中 $m+n$ 为至少5;以及

c) 至少一种氢化硅烷化反应催化剂;

其中根据ASTM测试方法D7867-13(测量涂料、油墨和相关液体材料的旋转粘度随温度的变化),所述可固化组合物在介于 21°C 与 50°C 之间,包括端值在内的温度下具有小于或等于50厘泊的剪切粘度。

2. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。

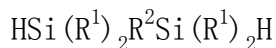
3. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中 m 为至少3。

4. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中 n 为至少3。

5. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中所述至少一种氢化硅烷化反应催化剂包括有机金属铂络合物。

6. 一种可固化组合物,所述可固化组合物包含以下组分:

a) 至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中 m 为大于或等于2的整数,其中所述至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷由下式表示:



其中:

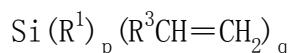
每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;并且

每个 R^2 独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团;

b) 至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中 n 为大于或等于2的整数,其中 $m+n$ 为至少5;以及

c) 至少一种氢化硅烷化反应催化剂;

其中所述至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷由下式表示:



其中:

每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;

每个 R^3 独立地表示具有1至8个碳原子的烷亚基基团或共价键;

p 表示0至2的整数;并且

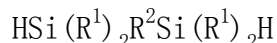
q 表示2至4的整数,其中 $p+q=4$ 。

7. 根据权利要求1所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物包含部分A和部分B,其中部分A包含组分a) 且不含组分b), 并且部分B包含组分b) 和组分c) 且不含组分a)。

8. 一种电子制品,所述电子制品包括基板,所述基板具有与其粘结的电子部件,其中所

述电子部件与以下组分的反应产物接触,所述组分包括:

a) 至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中 m 为大于或等于2的整数,其中所述至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷由下式表示:



其中:

每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;并且

每个 R^2 独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团;

b) 至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中 n 为大于或等于2的整数,其中 $m+n$ 为至少5;以及

c) 至少一种氢化硅烷化反应催化剂。

9. 根据权利要求8所述的电子制品,其中所述反应产物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。

10. 根据权利要求8所述的电子制品,其中所述电子部件包括电子显示部件。

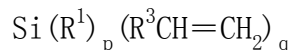
11. 根据权利要求8所述的电子制品,其中所述反应产物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。

12. 根据权利要求8所述的电子制品,其中 m 为至少3。

13. 根据权利要求8所述的电子制品,其中 n 为至少3。

14. 根据权利要求8所述的电子制品,其中所述至少一种氢化硅烷化反应催化剂包括有机金属铂络合物。

15. 根据权利要求8所述的电子制品,其中所述至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷由下式表示:



其中:

每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;

每个 R^3 独立地表示具有1至8个碳原子的烷亚基基团或共价键;

p 表示0至2的整数;并且

q 表示2至4的整数,其中 $p+q=4$ 。

可固化组合物、由其形成的反应产物及包含该反应产物的电子制品

技术领域

[0001] 本公开整体涉及包含碳硅烷的可固化组合物、其固化反应产物及包含该固化反应产物的电子设备。

背景技术

[0002] 第五代无线 (5G) 是蜂窝技术的最新迭代,旨在大大提高无线网络的速度和响应能力。使用5G,通过无线宽带连接传输的数据可以以千兆比特的速度传输,据估计,峰值速度可能高达每秒20千兆比特 (Gbps)。提高的速度部分地是通过使用比当前蜂窝网络更高频率的无线电波来实现的。然而,高频无线电波的范围比先前网络所使用的频率更短。因此,为了确保广泛的服务,5G网络可在最多至三个频带(低、中和高)上运行。5G网络将由最多3种不同类型的蜂窝网络组成,每个蜂窝网络需要不同的天线,每种类型都会在下载速度与距离和服务区域之间做出不同的权衡。5G手机和无线设备将通过其所在位置范围内的最高速度天线连接到网络。

[0003] 低频带5G使用与当前4G手机类似的频率范围,600-700MHz的下载速度略高于4G:每秒30-250兆比特 (Mbit/s)。低频带蜂窝塔将具有与当前4G塔相似的范围和覆盖面积。中频带5G使用2.5-3.7GHz的微波,目前允许100-900Mbit/s的速度,其中每个蜂窝塔提供半径达几英里的服务。高频带5G使用25-39GHz的频率,接近毫米波段的底部,以达到每秒1-3千兆比特 (Gbit/s) 的下载速度,与有线互联网相当。

[0004] 当今电信行业中使用的许多材料在5G频率下表现不佳。因此,5G的较高频率要求识别和开发能够在那些频率下工作且不会干扰在高频带波长下通信的电子设备的正常工作的材料。

发明内容

[0005] 有利地,根据本公开的可固化组合物可以具有适于使用喷墨打印机进行分配的低粘度。此外,可固化组合物及其固化反应产物具有低介电常数和介电损失,使其适用于5G电子设备,例如手机、电信基础设施和平板计算机。

[0006] 在一个方面,本公开提供了包含以下组分的可固化组合物:

[0007] a) 至少一种具有m个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中m为大于或等于2的整数;以及

[0008] b) 至少一种具有n个乙烯基 (即-CH=CH₂) 基团的脂族碳硅烷,其中n为大于或等于2的整数,其中m+n为至少5;以及

[0009] c) 至少一种氢化硅烷化反应催化剂。

[0010] 有利地,根据本公开的可固化组合物可以具有适于使用喷墨打印机进行分配的低粘度。

[0011] 在另一方面,本公开提供了包括以下物质的组分的反应产物:

[0012] a) 至少一种具有m个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中m为大于或等于2的整数;以及

[0013] b) 至少一种具有n个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中n为大于或等于2的整数,其中m+n为至少5;以及

[0014] c) 至少一种硅氢化反应催化剂。

[0015] 在又一方面,本公开提供了一种制品,其包括基板,该基板具有与其粘结的电子部件,其中所述电子部件与根据本公开的反应产物接触。

[0016] 如本文所用:

[0017] “脂族”意指不含任何芳族基团;

[0018] “碳硅烷”是指仅由Si、C和H构成且不具有Si-Si键的化合物;并且

[0019] “基本上不含”意指含有小于1重量%(例如,小于1重量%、小于0.1重量%或甚至小于0.01重量%)。

[0020] 在考虑具体实施方式以及所附权利要求书时,将进一步理解本公开的特征和优点。

附图说明

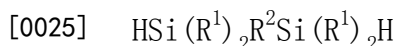
[0021] 图1为根据本公开的电子制品100的示意性侧视图。

[0022] 应当理解,本领域的技术人员可设计出落入本公开原理的范围和实质内的许多其它修改形式和实施方案。附图可不按比例绘制。

具体实施方式

[0023] 具有m个Si-H基团的各种脂族碳硅烷(其中m为大于或等于2的整数)在本领域中是已知的和/或可商购获得的。优选地,这些碳硅烷具有1至50个碳原子,更优选地4至18个碳原子,并且更优选地6至12个碳原子,但这不是必需的。m的示例性值包括2、3、4、5、6、8和10,但是其它值也是允许的。在这些值中,m=2、3或4通常是优选的。

[0024] 在一些实施方案中,具有m个Si-H基团的有用的脂族碳硅烷由下式表示:



[0026] 每个R¹独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团(例如,甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、仲丁基、异丁基或叔丁基)。

[0027] 每个R²独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团。示例性烷亚基(即,二价)基团包括甲亚基、乙亚基、丙亚基、丁亚基、己亚基、辛亚基、癸亚基、十六亚基、十八亚基、二十亚基和二十三亚基。在这些基团中,乙亚基、丙亚基和丁亚基通常是优选的。示例性二价碳硅烷基团包括3,3-二甲基-3-硅烷戊-1,5-二基和2,2,4,4-四甲基-2,4-二硅烷戊-1,5-二基。其它二价碳硅烷基团也是允许的。

[0028] 例如,氢化硅烷可通过使用反应性金属氢化物(诸如氢化铝锂(LiAlH₄)、硼氢化钠和氢化二异丁基铝(DIBAL-H))对相应的氯代或烷氧基硅烷进行氢化还原来合成,或可从商业来源获得。

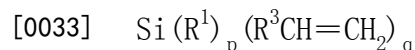
[0029] 具有m个Si-H基团的仍其它有用的脂族碳硅烷可以包括二烷基二氢硅烷,例如二甲基硅烷、二丙基硅烷和二丁基硅烷。

[0030] 具有至少两个乙烯基基团(即n≥2)的脂族碳硅烷在化学领域中是已知的,并且也可从商业供应商获得。优选地,这些碳硅烷具有1至50个碳原子,更优选地4至18个碳原子,

并且更优选地6至12个碳原子,但这不是必需的。 n 的示例性值包括2、3、4、5、6、8和10,但是其它值也是允许的。在这些值中, $n=2$ 、3或4通常是优选的。

[0031] 示例包括二甲基二乙烯基硅烷、甲基三乙烯基硅烷、四乙烯基硅烷、四烯丙基硅烷和1,4-二乙烯基-1,1,4,4-四甲基-1,4-二硅丁烷。

[0032] 在一些实施方案中,具有至少两个乙烯基的脂族碳硅烷由下式表示:



[0034] 其中 p 为0、1或2, q 为2、3或4,并且 $p+q=4$ 。在该实施方案中, R^1 如先前所定义,并且 R^3 表示共价键或具有1至8个碳原子的烷亚基基团。

[0035] 为了形成固化网络,不仅 m 和 n 必须为至少二,而且 $m+n$ 的总和必须为至少5、至少6、至少7、至少8或更多。

[0036] 通常,碳硅烷组分a)与碳硅烷组分b)的Si-H:乙烯基当量比率在0.7至1.5,优选地0.8至1.3,并且更优选地0.9至1.2的范围内,尽管这不是必需的。

[0037] 氢化硅烷化(也被称为催化硅氢化),描述了在不饱和键上加成Si-H键。氢化硅烷化反应通常由铂催化剂催化,并且通常施加热以实现固化反应。在该反应中, Si-H在双键上加成以形成新的C-H和Si-C键。该方法描述于例如PCT公布WO 2000/068336(Ko等人)以及PCT公布WO 2004/111151(Nakamura)和WO 2006/003853(Nakamura)中。

[0038] 有用的氢化硅烷化催化剂可以包括热催化剂和/或光催化剂。在这些催化剂中,由于延长的储存稳定性和易于处理性,光催化剂可以是优选的。示例性热催化剂包括铂络合物,诸如 H_2PtCl_6 (Speier催化剂);有机金属铂络合物,例如铂和二乙烯基二硅氧烷的配位络合物(Karstedt催化剂);和三(三苯基膦)氯化铑(I)(威尔金森催化剂),

[0039] 有用的铂光催化剂公开于例如美国专利7,192,795(Boardman等人)和其中引用的参考文献中。某些优选的铂光催化剂选自由下列络合物组成的组:Pt(II) β -二酮络合物(诸如美国专利5,145,886(Oxman等人)中公开的络合物)、(η^5 -环戊二烯基)三(σ -脂族)铂络合物(诸如美国专利4,916,169(Boardman等人)以及美国专利4,510,094(Drahnak)中公开的络合物)、以及C7-20-芳基取代的(η^5 -环戊二烯基)三(σ -脂族)铂络合物(诸如美国专利No.6,150,546(Butts)中公开的络合物)。氢化硅烷化光催化剂例如根据已知方法通过暴露于顶部光化辐射(通常是紫外光)来活化。

[0040] 氢化硅烷化催化剂的量可以是任何有效量。在一些实施方案中,氢化硅烷化催化剂的量是每一百万份可固化组合物约0.5铂至约30份铂的量,但也可以使用更多和更少的量。

[0041] 有利地,根据本公开的可固化组合物和固化组合物在与5g无线通信协议相关联的频率下通常具有低介电常数/介电损失。在一些实施方案中,可固化组合物和/或固化组合物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数。在一些优选实施方案中, $\tan\delta$ (在本领域中也称为损耗角正切或耗散因子)在10GHz下小于0.002。

[0042] 此外,根据本公开的可固化组合物和固化组合物可以基本上不含溶剂。

[0043] 另外,根据本公开的可固化组合物可以具有适于喷墨印刷的低粘度。例如,在一些实施方案中,根据ASTM测试方法D7867-13(测量涂料、油墨和相关液体材料的旋转粘度随温度的变化)测量在21°C与50°C之间的温度下小于或等于50厘泊的剪切粘度(也称为绝对粘度或动态粘度)。

[0044] 在许多实施方案中,可以有用的是,提供根据本公开的可固化组合物作为组合起来以便固化的两部分组合物。这可以提供增强的储存稳定性。在这种情况下,可固化组合物包含部分A和部分B。在优选实施方案中,部分A包含组分a) 且不含组分b), 并且部分B包含组分b) 和组分c) 且不含组分a)。

[0045] 任选的添加剂也可以存在于根据本公开的可固化(和固化)组合物中。示例可以包括助流剂、低介电填料(例如,玻璃泡)和/或表面活性剂。

[0046] 例如,根据本公开的可固化组合物和固化组合物可用作例如5G兼容设备中使用的电子部件的封装剂、密封剂和/或粘合剂。

[0047] 例如,基板可以是塑料、复合材料、金属、陶瓷和/或玻璃。示例性基板包括电子电路板和天线。合适的电子部件的示例包括显示器部件(例如,OLED显示器和LCD),并且尤其是旨在在包括至少一千兆赫(1GHz)的频率的外部交流电场的存在下,优选地在包括25GHz的频率的外部交流电场的存在下使用的电子部件。

[0048] 现在参考图1,电子制品100包括基板110,该基板具有与其粘结的电子显示部件120。电子显示部件120与根据本公开的反应产物130接触,该反应产物形成密封。

[0049] 本公开的选择实施方案

[0050] 在第一实施方案中,本公开提供了一种可固化组合物,其包含以下组分:

[0051] a) 至少一种具有m个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中m为大于或等于2的整数;以及

[0052] b) 至少一种具有n个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中n为大于或等于2的整数,其中m+n为至少5;以及

[0053] c) 至少一种氢化硅烷化反应催化剂。

[0054] 在第二实施方案中,本公开提供了根据第一实施方案所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。

[0055] 在第三实施方案中,本公开提供了根据第一或第二实施方案所述的可固化组合物,其中根据ASTM测试方法D7867-13(测量涂料、油墨和相关液体材料的旋转粘度随温度的变化),所述可固化组合物在介于21°C与50°C之间(包括端值在内)的温度下具有小于或等于50厘泊的剪切粘度。

[0056] 在第四实施方案中,本公开提供了根据第一至第三实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物基本上不含溶剂。

[0057] 在第五实施方案中,本公开提供了根据第一至第四实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中m为至少3。

[0058] 在第六实施方案中,本公开提供了根据第一至第五实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中n为至少3。

[0059] 在第七实施方案中,本公开提供了根据第一至第六实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中所述至少一种氢化硅烷化反应催化剂包括有机金属铂络合物。

[0060] 在第八实施方案中,本公开提供了根据第一至第七实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中所述至少一种具有m个Si-H基团的脂族碳硅烷由下式表示:

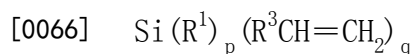
[0061] $\text{HSi}(\text{R}^1)_2\text{R}^2\text{Si}(\text{R}^1)_2\text{H}$

[0062] 其中:

[0063] 每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;以及

[0064] 每个 R^2 独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团。

[0065] 在第九实施方案中,本公开提供了根据第一至第八实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中所述至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷由下式表示:



[0067] 其中:

[0068] 每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;

[0069] 每个 R^3 独立地表示具有1至8个碳原子的烷亚基基团或共价键;

[0070] p 表示0至2的整数;并且

[0071] q 表示2至4的整数,其中 $p+q=4$;

[0072] 在第十实施方案中,本公开提供了根据第一至第九实施方案中任一项所述的可固化组合物,其中所述可固化组合物包含部分A和部分B,其中部分A包含组分a) 且不含组分b), 并且部分B包含组分b) 和组分c) 且不含组分a)。

[0073] 在第十一实施方案中,本公开提供了包括以下物质的组分的反应产物:

[0074] a) 至少一种具有 m 个Si-H基团的脂族碳硅烷,其中 m 为大于或等于2的整数;以及

[0075] b) 至少一种具有 n 个乙烯基基团的脂族碳硅烷,其中 n 为大于或等于2的整数,其中 $m+n$ 为至少5;以及

[0076] c) 至少一种硅氢化反应催化剂。

[0077] 在第十二实施方案中,本公开提供了根据第十一实施方案所述的反应产物,其中所述可固化组合物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。

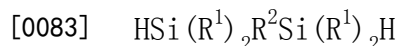
[0078] 在第十三实施方案中,本公开提供了根据第十一或第十二实施方案所述的反应产物,其中所述反应产物基本上不含溶剂。

[0079] 在第十四实施方案中,本公开提供了根据第十一至第十三实施方案中任一项所述的反应产物,其中 m 为至少3。

[0080] 在第十五实施方案中,本公开提供了根据第十一至第十四实施方案中任一项所述的反应产物,其中 n 为至少3。

[0081] 在第十六实施方案中,本公开提供了根据第十一至第十五实施方案中任一项所述的反应产物,其中所述至少一种硅氢化反应催化剂包括有机金属铂络合物。

[0082] 在第十七实施方案中,本公开提供了根据第十一至第十六实施方案中任一项所述的反应产物,其中具有 m 个Si-H基团的至少一种脂族碳硅烷由下式表示:

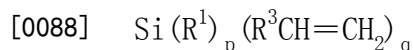


[0084] 其中:

[0085] 每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团;以及

[0086] 每个 R^2 独立地表示具有至多50个碳原子的烷亚基基团或二价碳硅烷基团。

[0087] 在第十八实施方案中,本公开提供了根据第十一至第十七实施方案中任一项所述的反应产物,其中具有 n 个乙烯基基团的至少一种脂族碳硅烷由下式表示:



[0089] 其中:

- [0090] 每个 R^1 独立地表示具有1至4个碳原子的烷基基团；
- [0091] 每个 R^3 独立地表示具有1至8个碳原子的烷亚基基团或共价键；
- [0092] p 表示0至2的整数；以及
- [0093] q 表示2至4的整数，其中 $p+q=4$ ；
- [0094] 在第十九实施方案中，本公开提供了一种电子制品，其包括基板，该基板具有与其粘结的电子部件，其中所述电子部件与根据第十一至第十八实施方案中任一项所述的反应产物接触。
- [0095] 在第二十实施方案中，本公开提供了根据第十九实施方案所述的电子制品，其中所述电子部件旨在包括至少一千兆赫的频率的外部交流电场的存在下使用。
- [0096] 在第二十一实施方案中，本公开提供了根据第十九或第二十实施方案所述的电子制品，其中所述电子部件旨在包括至少25GHz的频率的外部交流电场的存在下使用。
- [0097] 在第二十二实施方案中，本公开提供了根据第十九至第二十一实施方案中任一项所述的电子制品，其中所述反应产物在10千兆赫的外部交流电场的存在下具有小于或等于3的介电常数和小于0.002的 $\tan\delta$ 。
- [0098] 在第二十三实施方案中，本公开提供了根据第十九至第二十二实施方案中任一项所述的电子制品，其中所述反应产物充当电子部件的密封剂。
- [0099] 在第二十四实施方案中，本公开提供了根据第十九至第二十三实施方案中任一项所述的电子制品，其中电子部件包括电子显示部件。
- [0100] 在第二十五实施方案中，本公开提供了根据第二十四实施方案所述的电子制品，其中电子显示部件包括有机发光二极管。
- [0101] 在第二十六实施方案中，本公开提供了根据第十九至第二十五实施方案中任一项所述的电子制品，其中反应产物充当粘合剂以将所述电子部件粘结到基板。
- [0102] 通过以下非限制性实施例，进一步示出了本公开的目的和优点，但在这些实施例中引用的具体材料及其量以及其它条件和细节不应视为对本公开的不当限制。
- [0103] 实施例
- [0104] 除非另有说明，否则实施例及本说明书其余部分中的所有份数、百分比、比等均以重量计。
- [0105] 下面的表1列出了实例中所使用的材料。
- [0106] 表1

[0107]

材料	缩写	来源
1,1,4,4-四甲基-1,4-二硅基丁烷	TMDSB	宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特有限公司(Gelest, Inc., Morrisville, Pennsylvania)
四乙烯基硅烷, 95%	TVS	盖勒斯特有限公司
铂二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物 (3 重量%溶于乙烯基封端的 PDMS 中)	---	盖勒斯特有限公司
铂二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物 (2.1 重量%-2.4 重量%溶于二甲苯中)	---	盖勒斯特有限公司
乙酰丙酮铂(II), 97%	Pt acac	密苏里州圣路易斯的密理博西格玛公司 (MilliporeSigma, Saint Louis, Missouri)
1,7-辛二烯	---	密理博西格玛公司
乙烯基-封端的聚二甲基硅氧烷	---	DMS V-31, 购自盖勒斯特有限公司。
陶瓷填充的 PTFE 复合材料 RO3003	---	亚利桑那州钱德勒的罗杰斯公司 (Rogers Corporation, Chandler, Arizona)
硅氧烷膜	SFilm	由交联硅橡胶制成的高精度硅氧烷膜, 以 Elastocil Film 2030 购自瓦克公司
甲基丙烯酰氧基封端的聚二甲基硅氧烷 (4-6cps)	MTS-4	盖勒斯特有限公司
甲基丙烯酰氧基封端的聚二甲基硅氧烷 (8-14cps)	MTS-8	盖勒斯特有限公司

[0108] 线性聚碳硅烷聚合物(LIN-PCS-乙烯基)的制备

[0109] 将1,1,4,4-四甲基-1,4-二硅基丁烷(14.8g,0.1mol)滴加到1,7-辛二烯(12.2g,0.11mol)和铂二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物(1滴,2.1%-2.4% Pt的二甲苯溶液)的甲苯(40mL)溶液中。在初始放热之后,将反应混合物在室温下搅拌3天,并真空除去甲苯和过量单体,得到粘滞液体状产物。

[0110] 超支化聚碳硅烷(HB-PCS-乙烯基)的制备

[0111] 将1,1,4,4-四甲基-1,4-二硅基丁烷(8.81g,0.0602mol)滴加到四乙烯基硅烷(12.7g,0.093mol,3.1摩尔过量的乙烯基)和铂二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物(1滴,2.1%-2.4% Pt的二甲苯溶液)的甲苯(80mL)溶液中。在初始放热之后,将反应混合物在室温下搅拌3天,并真空除去甲苯和过量单体,得到粘滞液体状产物。

[0112] 在100kHz-1MHz下液体的电介质光谱

[0113] 对液体的介电特性和电导率测量使用来自Novocontrol技术公司(德国蒙大堡)(Novocontrol Technologies GmbH(Montabaur,Germany))的Alpha-A高温宽带介电谱仪模块化测量系统执行。使用Keysight型号16452A液体介电测试固定装置来包含液体作为平行板电容器。用于Alpha-A模块化测量系统的ZG2延伸测试接口用于允许通过Novocontrol软件对Keysight型号16452A液体介电测试固定装置进行自动阻抗测量。介电常数由具有液体的测试电池的电容与具有空气的测试电池的电容的比率计算得到的。为了用16452A测试电池测量更高粘度的液体,首先将液体加热至50℃至55℃并在该温度下保持15至30分钟。接下来用注射器将液体注入液体测试电池中。注射后,使液体静置最多30分钟,以最大程度地

减少并避免形成气泡。在静置30分钟后,测试样品。

[0114] 在9.5GHz下固体的分离柱介电谐振器测量

[0115] 分离柱介电谐振器测量均根据标准IEC 61189-2-721以9.5GHz的频率执行。将每个薄材料或膜插入两个固定的介电谐振器之间。试样对柱的共振频率和质量因子的影响使得能够直接计算复介电常数(介电常数和电介质损失)。9.5GHz谐振器以仅具有方位角电场分量的 $TE_{01}\delta$ 模式操作,使得电场在电介质界面上保持连续。分离柱介电谐振器测量在样本的平面中的介电常数分量。在这些介电谐振器测量中的每个介电谐振器测量中使用环耦合(临界耦合)。该9.5GHz分离柱谐振器测量系统与Keysight VNA(型号为PNA 8364C的矢量网络分析仪,10MHz-50GHz)结合。执行计算以确定每个试样在9.5GHz下的复介电常数。

[0116] 在2.5GHz下液体的圆柱形介电谐振器测量

[0117] $TE_{01\delta}$ 模式圆柱形介电谐振器用于使用J.Krupka、K.Derzakowski、M.D.Janezic和J.Baker-Jarvis中描述的方法(“用于在低于1GHz的频率下精密测量有损液体的复介电常数的 $TE_{01\delta}$ 介电谐振器技术”,精密电磁测量会议摘要,第469-470页,伦敦,2004年6月27日至7月2日)测量在2.45GHz频率下的电介质的复介电常数。

[0118] 制剂组分的介电常数

[0119] 在20°C、100kHz、1MHz和2.5GHz频率下测量线性聚碳硅烷和超支化聚碳硅烷流体的介电常数,并与硅氧烷流体、SFilm和商用PTFE5G材料进行比较。结果报告于下表2中。

[0120] 表2

材料	介电常数(20°C)			TAN δ (20°C)
	100kHz	1MHz	各种 GHz	
陶瓷填充的 PTFE 复合材料	---	---	3.0 (10GHz)	0.0013 (10GHz)
LIN-PCS-乙烯基	2.30	2.30	2.29 (2.5GHz)	0.0018 (2.5GHz)
HB-PCS-乙烯基	2.29	2.29	2.29 (2.5GHz)	0.0019 (2.5GHz)
SFilm	---	---	2.95 (9.5GHz)	0.02 (9.5GHz)
硅氧烷液	---	---	2.76 (2.5GHz)	0.0107 (2.5GHz)
MTS-8	---	---	3.2 (2.5GHz)	0.083 (2.5GHz)
MTS-4	---	---	3.7 (2.5GHz)	0.203 (2.5GHz)

[0122] 制剂组分的剪切粘度

[0123] 根据ASTM测试方法D7867-13(测量涂料、油墨和相关液体材料的旋转粘度随温度的变化)在ARES G2应变控制流变仪(美国特拉华州纽卡斯尔的TA仪器公司(TA Instruments, New Castle, DE, USA))上使用凹陷同心圆筒几何形状(直径25mm、长度32mm的摆锤;直径27毫米的杯)进行流变测量。在氮气氛下在25°C和50°C下收集测量结果。以 $10s^{-1}$ 的剪切速率获得以厘泊(cps)为单位的剪切粘度的测量值。

[0124] 制备例PE1-PE6

[0125] 在各种条件下,通过铂催化的氢化硅烷化对100%固体/无溶剂制剂(如表3中所报告)进行UV固化,以得到硬聚碳硅烷涂层。该制剂具有带有SiH官能团的硅烷组分(TMDSB)和

带有乙烯基官能团的组分(TVS或HB-PCS-乙烯基)。HB-PCS乙烯基是具有8.16mmol/g末端乙烯基含量的超支化聚碳硅烷, $M_n=3100\text{g/mol}$, $M_w=7100\text{g/mol}$,多分散性为2.3且 $T_g=-68^\circ\text{C}$ 。SiH基团相对于乙烯基基团是摩尔过量的(0.1至4倍)。

[0126] 表3

实施例	TMDSB	TVS	HB-PCS-乙烯基
PE1	70	30	---
PE2	60	40	---
PE3	50	50	---
PE4	70	---	30
PE5	60	---	40
PE6	50	---	50

[0128] 实施例E1-E6

[0129] 使用0.3wt.%乙酰丙酮铂(II)(Pt acac)在室温下固化PE1至PE3。通过经由移液管将0.25mL制剂沉积到玻璃显微镜载玻片上,并使用Clearstone CF1000 UV LED系统(395nm,100%强度对应于 319mW/cm^2 ,在距样品表面1cm的距离处固化1分钟)固化来制备样品。通过数字测微计测量固化后涂层的厚度在140-150微米范围内。使用0.2重量%的Pt acac将PE4至PE6在395nm/100%强度下固化5分钟。

[0130] 实施例E7-E12

[0131] 通过以0.3重量%添加铂二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物(Karstedt催化剂)来固化PE1至PE6。

[0132] 制剂组分的粘度

[0133] 测量制剂的粘度(表4)以便证明该制剂可以为能够喷墨印刷的。

[0134] 表4

制剂	剪切粘度,厘泊
E1	<20
E2	<20
E3	<20

[0136] 为了使本领域的普通技术人员能够实践受权利要求书保护的本公开而给出的前述说明不应理解为是对本公开范围的限制,本公开的范围由权利要求书及其所有等同形式限定。

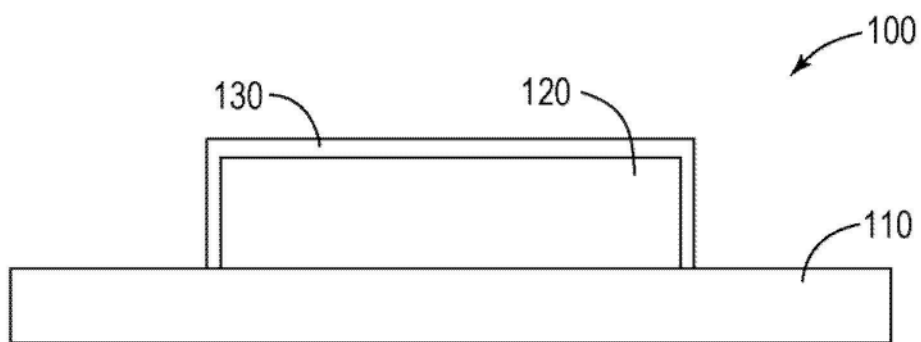


图1