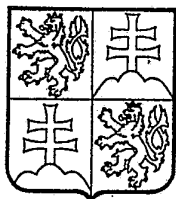


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 221

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 08 L 83/07

(21) PV 783-88.W
(22) Přihlášeno 08 02 88

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 20 02 92

(75) Autor vynálezu ČAPKA MARTIN ing. CSc.,
CZAKOVÁ MARIE ing., PRAHA
MAKOVICKA JAN ing., VELIM

(54) Kompozice pro výrobu hydrosilylačně
vulkanizovatelného polymeru

(57) Kompozice pro výrobu hydrosilylačně
vulkanizovatelného polymeru tvořená poly-
siloxany obsahujícími vinylsubstituenty,
přednostně ve formě dimethylvinylsiloxý-,
metylfenylvinylsiloxý-, případně metylvi-
nylsiloxýskupin, dále situjícím metyl(hy-
drogen)dimethylsiloxanovým kopolymerem,
sazemi se zvýšenou elektrickou vodivostí,
jejichž hmotnost v kompozici nepřesahuje
5 %, případně obsahující plnivo, před-
nostně oxid křemičitý která jako kataly-
zátor hydrosilylační vulkanizace obsahuje
komplexy rhodia, přednostně dicyklookta-
dien- μ , μ -dichlorodirhodný komplex, te-
trakarbohl- μ , μ -dichlorodirhodný kom-
plex nebo tetracyklookten- μ , μ -dichlor-
odirhodný komplex. Kompozice je připrave-
na smícháním dvou složek A a B, z nichž
obě mohou obsahovat výše uvedené kompen-
ty s výjimkou metyl(hydrogen)dimethylsilo-
xanového kopolymeru a hydrosilylačního
katalyzátoru, které jsou přítomny pouze
v jedné ze složek A a B.

Vulkanizované polymery jsou vhodné
především jako druhá ochranná vrstva pro
pasivací elektrotechnických součástek.

Vynález se týká komposice pro výrobu hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru pro pasivaci elektrotechnických součástek.

V technické praxi se používá pasivace elektrotechnických součástek, protože děrový a elektronový přechod výkonových křemíkových polovodičových prvků je vystaven vnějšímu okolí (kyslík, vlhkost a podobně). Proto se mohou na jejich povrchu tvořit různá rekombinační centra a tak může docházet k narušení rovnovážného stavu přechodu, což způsobuje nestabilitu elektrických parametrů polovodičových součástek.

Proto se tyto součástky chrání polymery o vysoké čistotě a vysokém měrném elektrickém odporu. Nevýhodou těchto polymerů je jejich náchylnost k snadnému nabití povrchovým nábojem. Proto bylo navrženo řešení ve formě dvouvrstvé ochrany, při kterém pasivační vrstva o vysokém měrném povrchovém odporu je překryta druhou pasivační vrstvou o měrném povrchovém odporu v rozmezí $1 \cdot 10^8$ až $1 \cdot 10^{11} \Omega$.

Realizaci tohoto řešení ztěžuje skutečnost, že dosavadní silikonové polymery na základě tzv. studených jedno- nebo dvousložkových silikonových kaučuků plněných elektrovedivými sazemi nejsou pro tento účel příliš vhodné, protože zbytky vulkanizačních činidel mohou nepříznivě ovlivňovat elektrické vlastnosti pasivované součástky.

Adiční silikonové polymery sice po stránce čistoty vyhovují jejich vulkanizační katalyzátory na bázi platiny, ale v přítomnosti většího množství elektrovedivých sazí selhávají. Tyto nedostatky řeší vynález, jehož podstatou je komposice pro výrobu hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru pro pasivaci elektrotechnických součástek, tvořená polysiloxany obsahujícími vinylsubstituenty, přednostně ve formě dimethylvinylsiloxo-, metylfenylvinylsiloxo-, popřípadě metylvinylsiloxyskupiny, dále síťující metyl(hydrogen)dimethylsiloxanovým kopolymerem, sazemi se zvýšenou elektrickou vodivostí, jejichž hmotnost v kompozici nepřesahuje 5 %, popřípadě obsahující plnivo, přednostně oxid křemičitý, který jako katalyzátor hydrosilylační vulkanizace obsahuje komplexy rhodia, přednostně dicyklooktadien- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex, tetrakarbonyl- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex nebo tetracyklookten- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex. Tuto kompozici lze připravit smícháním dvou složek A a B, z nichž obě mohou obsahovat výše uvedené komponenty s výjimkou metyl(hydrogen)dimethylsiloxanového kopolymeru a hydrosilylačního katalyzátoru, které jsou přítomny pouze v jedné ze složek A a B.

Komposice podle vynálezu má dlouhou dobu zpracovatelnosti nevytvrzené směsi při laboratorní teplotě a obvykle není zapotřebí dobu zpracovatelnosti prodlužovat přidáním inhibitoru. Vulkanizace se obvykle uskutečňuje při teplotách nad 100°C s výhodou nad 120°C , lze však použít i vyšších teplot. Doba vulkanizace se řídí jednak koncentrací katalyzátoru, jednak vulkanizační teplotou a obvykle se volí v rozmezí několika minut až několika hodin. Vulkanizát má výhodné mechanické vlastnosti a podle kvality a podílu elektrovedivých sazí lze volit jeho měrný povrchový odpor v rozmezí $1 \cdot 10^5 \Omega$ až $1 \cdot 10^{12} \Omega$, výhodně $1 \cdot 10^8 \Omega$ až $1 \cdot 10^{11} \Omega$.

Všechny složky potřebné pro přípravu těchto komposic jsou snadno dostupné, protože jak polysiloxany obsahující vinylskupiny, tak síťující metyl(hydrogen)dimethylsiloxanový kopolymer se vyrábějí pro přípravu hydrosilylačně síťovaných kaučuků, plniva a elektrovedivé saze jsou běžné komerční produkty a konečně rhodné komplexy jsou látky používané v organokovové chemii a homogenní koordinační katalýze.

Dále uvedené příklady ilustrují vynález, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly.

Příklad 1

Kompozice hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru obsahující 100 dílů poly(dimetylsiloxanu) terminovaného dimetylvinylsiloxyskupinami a majícího střední molekulovou hmotnost $2,3 \cdot 10^4$, 13 dílů metyl(hydrogen)dimetylsiloxanového kopolymeru o obsahu vodíku ve formě Si-H vazeb 0,2 hmot. %, 25 dílů modifikovaného rozvětveného polysiloxanu vzniklého kysele katalyzovanou reakcí rozvětveného etoxypolysiloxanu a tetrametyldivinylidisiloxanu, 7 dílů sazí Chemazorb se zvýšenou elektrickou vodivostí a $1 \cdot 10^{-3}$ dílu dicyklooktadien- μ , μ' -dichlorodirhodného komplexu byla podrobena vulkanizaci při 155 °C po 1 h. Byl získán nelepivý černý vulkanizát bez patrných defektů o měrném povrchovém odporu $1 \cdot 10^5 \Omega$.

Příklad 2

Kompozice hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru obsahující 50 dílů poly(dimetylsiloxanu) terminovaného metylfenylvinylsiloxyskupinami majícího střední molekulovou hmotnost $5 \cdot 10^3$, 10 dílů metyl(hydrogen)dimetylsiloxanového kopolymeru o obsahu vodíku ve formě Si-H vazeb 0,6 hmot. %, 10 dílů oxidu křemičitého, 0,2 dílu sazí $1 \cdot 10^{-3}$ dílu tetrakarbonyl- μ , μ' -dichlorodirhodného komplexu byla podrobena vulkanizaci při 120 °C po 25 h. Byl získán pružný elastomer s hladkým povrchem bez viditelných závad s měrným povrchovým odporem $1 \cdot 10^{12} \Omega$.

Příklad 3

Kompozice hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru obsahující 100 dílů poly(dimetylsiloxanu) terminovaného dimetylvinylsiloxanovými skupinami, majícího střední molekulovou hmotnost $4 \cdot 10^5$, 1 díl metylvinyl-dimetylsiloxanového kopolymeru, 5 dílů metyl(hydrogen)dimetylsiloxanového kopolymeru o obsahu vodíku ve formě Si-H vazeb 0,1 hmot. %, 2 díly sazí a $2 \cdot 10^{-3}$ dílu tetracyklookten- μ , μ' -dichlorodirhodného komplexu byla podrobena vulkanizaci při 140 °C po 5 h. Byl získán polymer s hladkým, nelepivým povrchem bez viditelných defektů s měrným povrchovým odporem $1 \cdot 10^8 \Omega$.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Kompozice pro výrobu hydrosilylačně vulkanizovatelného polymeru, tvořená polysiloxany obsahujícími vinylsubstituenty, přednostně ve formě dimetylvinylsiloxy-, metylfenylvinylsiloxy-, popřípadě metylvinylsiloxyskupin, dále sítujícím metyl(hydrogen)dimetylsiloxanovým kopolymerem, sazí se zvýšenou elektrickou vodivostí, jejichž hmotnost v kompozici nepřesahuje 5 %, popřípadě obsahující plnivo, přednostně oxid křemičitý, vyznačující se tím, že jako katalyzátor hydrosilylační vulkanizace obsahuje komplexy rhodia, přednostně dicyklooktadien- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex, tetrakarbonyl- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex nebo tetracyklookten- μ , μ' -dichlorodirhodný komplex.
2. Kompozice podle bodu 1, vyznačující se tím, že je rozdělena do dvou složek A a B, z nichž obě mohou obsahovat výše uvedené komponenty s výjimkou metyl(hydrogen)dimetylsiloxanového kopolymeru a hydrosilylačního katalyzátoru, které jsou přítomny pouze v jedné ze složek A a B.