



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110746576 A

(43)申请公布日 2020.02.04

(21)申请号 201910894166.5

(22)申请日 2019.09.20

(71)申请人 宏昌电子材料股份有限公司

地址 510530 广东省广州市萝岗区云埔一  
路一号之二

(72)发明人 林仁宗 袁铭辉 王成俊 华韵之  
陈景朗

(74)专利代理机构 广州容大专利代理事务所  
(普通合伙) 44326

代理人 刘新年

(51) Int. Cl.

C08G 59/14(2006.01)

C08G 77/42(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种改性的环氧树脂及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种改性的环氧树脂及其制备方法。其中,改性的环氧树脂包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂50%~70%,有机硅化合物10%~30%,硅烷偶联剂5%~15%,催化剂0.3%~0.5%,稀释剂14.5%~20%。本发明改性的环氧树脂降低了树脂的玻璃化转变温度,提高了树脂的柔韧性、增强树脂的耐湿热性。

1. 一种改性的环氧树脂,其特征在于,包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂50%~70%,有机硅化合物10%~30%,硅烷偶联剂5%~15%,催化剂0.3%~0.5%,稀释剂14.5%~20%。

2. 如权利要求1所述的一种改性的环氧树脂,其特征在于,所述缩水甘油醚类环氧树脂采用双酚A型缩水甘油醚类环氧树脂。

3. 如权利要求1所述的一种改性的环氧树脂,其特征在于,所述有机硅化合物为具有羟基反应官能团的聚硅氧烷有机化合物。

4. 如权利要求1所述的一种改性的环氧树脂,其特征在于,所述硅烷偶联剂为具有氨基作为有机官能团的硅烷偶联剂。

5. 如权利要求1所述的一种改性的环氧树脂,其特征在于,所述催化剂为二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、四价锡中的一种或几种。

6. 一种如权利要求1至5中任一项所述的改性的环氧树脂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂50%~70%,搅拌下加热至80℃~120℃;

2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂5%~15%,催化剂0.3%~0.5%及有机硅化合物10%~30%,搅拌6h;

3) 待所述步骤2)中反应的聚合物冷却至室温,加入稀释剂14.5%~20%,搅拌1h,完成。

7. 如权利要求6所述的一种改性的环氧树脂的制备方法,其特征在于,所述步骤中的搅拌速率为50rpm/min~400rpm/min。

## 一种改性的环氧树脂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚合物树脂技术领域,尤其涉及一种改性的环氧树脂及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 环氧树脂具有优异的物理机械性能和电绝缘性能,其与各种材料的粘结性能、以及使用工艺的灵活性是其他热固性树脂所不具备的。因此,环氧树脂被广泛应用于各个领域,如涂料、复合材料、模压材料、电子封装材料以及高端结构的粘合剂,等等。在应用过程中,环氧树脂固化后形成的交联密度较高、内应力大,这使得采用环氧树脂制造的产品存在柔韧性差、抗冲击韧性差导致质脆易碎的缺点,并且耐湿热性亦难以满足工程技术的应用要求,从而使环氧树脂的应用受到限制,制约了环氧树脂在结构材料等复合材料中的应用和发展。

### 发明内容

[0003] 有鉴于此,有必要针对的问题,提供一种改性的环氧树脂,旨在降低树脂的玻璃化转变温度,改善柔韧性、增强耐湿热性。

[0004] 为实现上述目的,本发明提出一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂50%~70%,有机硅化合物10%~30%,硅烷偶联剂5%~15%,催化剂0.3%~0.5%,稀释剂14.5%~20%。

[0005] 优选地,所述缩水甘油醚类环氧树脂采用双酚A型缩水甘油醚类环氧树脂。

[0006] 优选地,所述有机硅化合物为具有羟基反应官能团的聚硅氧烷有机化合物。

[0007] 优选地,所述硅烷偶联剂为具有氨基作为有机官能团的硅烷偶联剂。

[0008] 优选地,所述催化剂为二月桂酸二丁基锡、辛酸亚锡、四价锡中的一种或几种。

[0009] 本发明还提出一种改性的环氧树脂的制备方法,该制备方法包括以下步骤:

[0010] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂50%~70%,搅拌下加热至80℃~120℃;

[0011] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂5%~15%,催化剂0.3%~0.5%及有机硅化合物10%~30%,搅拌6h;

[0012] 3) 待所述步骤2)中反应后的聚合物冷却至室温,加入稀释剂14.5%~20%,搅拌1h完成。

[0013] 优选地,所述步骤中的搅拌速率为50rpm~400rpm。

[0014] 本发明技术方案通过采用缩水甘油醚类环氧树脂、硅烷偶联剂、有机硅化合物、催化剂和稀释剂,在催化剂的作用下,使缩水甘油醚类环氧树脂通过硅烷偶联剂与有机硅化合物发生聚合,将有机硅化合物引入至缩水甘油醚类环氧树脂的支链,通过高度支链化对环氧树脂进行改性。一方面,高度支链化有利于降低环氧树脂的高规整度,使改性后的环氧树脂的玻璃化转变温度降低,从而提高改性环氧树脂的柔韧性;另一方面,支链的引入,使骨架中的极性基团被取代,树脂中极性基团的减少,使改性后树脂与水的相互作用降低,从

而增强了改性树脂的耐湿热性。

### 具体实施方式

[0015] 下面将结合本发明的具体实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

#### [0016] 实施例一

[0017] 本实施例中一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂50%,有机硅化合物30%,硅烷偶联剂5%,催化剂0.5%,稀释剂14.5%。

[0018] 本实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0019] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂50%,搅拌下加热至80℃;

[0020] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂5%,催化剂0.5%及有机硅化合物30%,搅拌6小时;

[0021] 3) 待所述步骤2)中反应后的聚合物冷却至室温,加入稀释剂14.5%,搅拌1小时完成。

[0022] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚A二缩水甘油醚树脂CYD-128型;硅烷偶联剂为3-氨基丙基三乙氧基硅烷;有机硅化合物为有水羟基聚矽氧烷;催化剂为二月硅酸二丁基锡;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

#### [0023] 实施例二

[0024] 本实施例中一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂70%,有机硅化合物10%,硅烷偶联剂5%,催化剂0.4%,稀释剂14.6%。

[0025] 本实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0026] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂70%,搅拌下加热至120℃;

[0027] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂5%,催化剂0.4%及有机硅化合物10%,搅拌6小时;

[0028] 3) 待所述步骤2)中反应后聚合物冷却至室温,加入稀释剂14.6%,搅拌1小时完成。

[0029] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚A二缩水甘油醚树脂E51型;硅烷偶联剂为3-氨基丙基三甲氧基硅烷;有机硅化合物为甲基苯基树脂中间体;催化剂为二月硅酸二丁基锡;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

#### [0030] 实施例三

[0031] 本实施例中一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂50%,有机硅化合物15%,硅烷偶联剂14.7%,催化剂0.3%,稀释剂20%。

[0032] 本实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0033] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂50%,搅拌下加热至120℃;

[0034] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂14.7%,催化剂0.3%及有机硅化合物15%,搅拌6小时;

[0035] 3) 待所述步骤2)中反应后聚合物冷却至室温,加入稀释剂20%,搅拌1小时完成。

[0036] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚F二缩水甘油醚树脂;硅烷偶联剂为3-氨基丙基三甲氧基硅烷;有机硅化合物为甲基苯基树脂中间体;催化剂为二月硅酸二丁基锡;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

[0037] 实施例四

[0038] 本实施例中一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂60%,有机硅化合物13%,硅烷偶联剂9.7%,催化剂0.3%,稀释剂17%。

[0039] 本实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0040] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂60%,搅拌下加热至120;°C

[0041] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂9.7%,催化剂0.3%及有机硅化合物13%,搅拌6小时;

[0042] 3) 待所述步骤2)中反应后聚合物冷却至室温,加入稀释剂17%,搅拌1小时完成。

[0043] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚A二缩水甘油醚树脂E51型;硅烷偶联剂为3-氨基丙基三甲氧基硅烷;有机硅化合物为甲基苯基树脂中间体;催化剂为二月硅酸二丁基锡;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

[0044] 实施例五

[0045] 本实施例中一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂55%,有机硅化合物20%,硅烷偶联剂8.5%,催化剂0.5%,稀释剂16%。

[0046] 本实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0047] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂55%,搅拌下加热至120;°C

[0048] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入硅烷偶联剂8.5%,催化剂0.5%及有机硅化合物20%,搅拌6小时;

[0049] 3) 待所述步骤2)中反应后聚合物冷却至室温,加入稀释剂16%,搅拌1小时完成。

[0050] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚A二缩水甘油醚树脂E51型;硅烷偶联剂为3-氨基丙基三甲氧基硅烷;有机硅化合物为甲基苯基树脂中间体;催化剂为二月硅酸二丁基锡;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

[0051] 对比实施例

[0052] 一种改性的环氧树脂,其包括的组分按质量百分含量计:缩水甘油醚类环氧树脂80%,稀释剂20%。

[0053] 实施例中,一种改性的环氧树脂的制备方法包括以下步骤:

[0054] 1) 于反应容器中加入缩水甘油醚类环氧树脂80%,搅拌下加热至120;°C

[0055] 2) 于所述步骤1)的反应容器中加入稀释剂20%,搅拌1小时完成。

[0056] 其中,缩水甘油醚类环氧树脂为双酚A二缩水甘油醚树脂E51型;稀释剂为脂肪烃二环氧化物(陶氏化学DER732)。

[0057] 性能测试

[0058] 本发明实施例中得到的改性环氧树脂根据DSC Setaram 92方法测试玻璃化转变温度、根据ASTM D 256方法测试抗冲击强度。测试结果如下:

	实施例	玻璃化转变温度/°C	抗冲击强度/KJ/m <sup>2</sup>
	实施例一	45.2	45.473
[0059]	实施例二	39.5	300
	实施例三	44.7	60
	实施例四	40.8	225
	实施例五	42	189
[0060]	对比实施例	43.6	27

[0061] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。