



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101048460 B

(45) 授权公告日 2011. 04. 20

(21) 申请号 200580036554. 6

C08L 63/04 (2006. 01)

(22) 申请日 2005. 10. 20

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

W0 2003093368 A, 2003. 11. 13, 全文 .

60/621, 780 2004. 10. 25 US

US 5814679 A, 1998. 09. 29, 全文 .

US 5939491 A, 1999. 08. 17, 全文 .

(85) PCT申请进入国家阶段日

US 5015700 A, 1991. 05. 14, 说明书第 4 栏第

2007. 04. 25

29-60 行, 第 11 栏第 20-28 行, 实施例 1-4, 6-8.

(86) PCT申请的申请数据

CN 1534074 A, 2004. 10. 06, 说明书第 2 页倒

PCT/US2005/037963 2005. 10. 20

数第 2 段, 说明书第 3 页第 2 段至第 4 页第 1 段, 说明书第 7 页第 2-3 段 .

(87) PCT申请的公布数据

审查员 赵长青

W02006/047318 EN 2006. 05. 04

(73) 专利权人 陶氏康宁公司

地址 美国密执安

(72) 发明人 G · V · 高登 R · G · 施密特

G · M · 威贝尔

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 张钦

(51) Int. Cl.

C08L 63/02 (2006. 01)

C08L 83/06 (2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 11 页

(54) 发明名称

含有醇官能的有机硅树脂或者酸酐官能的有机硅树脂的可模塑组合物

(57) 摘要

可热固化的组合物含有缩水甘油醚环氧树脂;醇官能的有机硅树脂、酸酐官能的有机硅树脂,或者其混合物;和任选地热催化剂。有机多元醇、有机酸酐和填料也是可包括在该组合物内的任选组分。缩水甘油醚环氧树脂添加组合物的韧度和耐候性,而醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂提供耐水性、耐候性、热稳定性和挠性。

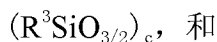
1. 可热固化的组合物，它包含：

(a) 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂；

(b) 50-300 重量份醇官能的有机硅树脂或醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂的混合物；和任选地

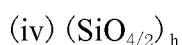
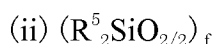
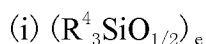
(c) 0-10 重量份的热催化剂；

其中醇官能的有机硅树脂含有下述单元：



其中  $\text{R}^1$  和  $\text{R}^2$  各自独立地为氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基、或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基； $\text{R}^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基、或者芳基， $a$  的数值小于或等于 0.5， $b$  的数值小于或等于 0.3， $c$  的数值为 0.3-0.8， $d$  的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d = 1$ ；每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基；大于 10wt% 的  $\text{R}^1+\text{R}^2+\text{R}^3$  基是苯基，

和酸酐官能的有机硅树脂含有下述单元：



其中  $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$  和  $\text{R}^6$  各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基； $e$  的数值为 0.1-0.6， $f$  的数值为 0-0.3， $g$  的数值为 0.3-0.8， $h$  的数值为 0-0.3； $e$ 、 $f$ 、 $g$  和  $h$  之和为 1；和该树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。

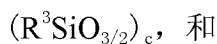
2. 可热固化的组合物，它包含：

(a) 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂或其氢化形式；

(b) 50-300 重量份醇官能的有机硅树脂或醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂的混合物；和

(c) 0.01-10 重量份热催化剂；

其中醇官能的有机硅树脂含有下述单元：



其中  $\text{R}^1$  和  $\text{R}^2$  各自独立地为氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基、或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基； $\text{R}^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基、或者芳基， $a$  的数值小于或等于 0.5， $b$  的数值小于或等于 0.3， $c$  的数值为 0.3-0.8， $d$  的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d = 1$ ；每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基；大于 10wt% 的  $\text{R}^1+\text{R}^2+\text{R}^3$  基是苯基，

和酸酐官能的有机硅树脂含有下述单元：

- (i)  $(R^4_3SiO_{1/2})_e$
- (ii)  $(R^5_2SiO_{2/2})_f$
- (iii)  $(R^6SiO_{3/2})_g$ , 和
- (iv)  $(SiO_{4/2})_h$

其中  $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基； $e$  的数值为 0.1-0.6， $f$  的数值为 0-0.3， $g$  的数值为 0.3-0.8， $h$  的数值为 0-0.3；和  $e$ 、 $f$ 、 $g$  和  $h$  之和为 1；和该树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。

3. 权利要求 1 或 2 的组合物，其中醇官能的有机硅树脂的醇当量为 100-1000，进一步的条件是，该组合物在环境和储存温度下为固体，和它在小于 150°C 的温度下可熔融流动。

4. 权利要求 1 或 2 的组合物，其中酸酐官能的有机硅树脂分子的平均组成为含有大于两个酸酐基团，和该组合物在环境和储存温度下为固体，和在小于 150°C 的温度下可熔融流动。

5. 权利要求 4 的组合物，其中酸酐官能的有机硅树脂包括仅仅  $(R^4_3SiO_{1/2})_e$  和  $(R^6SiO_{3/2})_g$  单元，其中  $R^4$  和  $R^6$  各自独立地为酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基； $e$  的数值为 0.1-0.6，和  $g$  的数值为 0.3-0.8，且  $e+g = 1$ 。

6. 权利要求 1 或 2 的组合物，进一步包含 (d) 0.1-200 重量份有机多元醇、有机酸酐或其混合物。

7. 权利要求 1 或 2 的组合物，进一步包含 (e) 0.1-80 重量份选自金属碳酸盐、二氧化硅、硅酸盐、石膏、蛭石、木浆、三水合铝、金属氧化物和金属亚硫酸盐中的填料。

8. 权利要求 1 或 2 的组合物，其中醇和酸酐基团与环氧基团之比为 0.5-1.2。

9. 权利要求 1 或 2 的组合物，其中组分 (b) 是醇官能的有机硅树脂。

10. 一种将制品粘合到基底上的方法，该方法包括加热制品，施加权利要求 1-9 任何一项的组合物到该基底的至少一个表面上，将加热的制品与组合物接触地放置，和固化该组合物。

11. 一种包封制品的方法，该方法包括将权利要求 1-9 任何一项的组合物传递模塑到制品上，通过将制品暴露于热下，引起组合物流动和固化。

## 含有醇官能的有机硅树脂或者酸酐官能的有机硅树脂的可模塑组合物

[0001] 相关申请的交叉参考

[0002] 本申请要求 2004 年 10 月 25 日提交的美国专利申请 No.60/621780 的优先权。

[0003] 说明书

[0004] 本发明涉及可热固化的组合物，它含有缩水甘油醚环氧树脂或其氢化形式，醇(carbinol)官能的有机硅树脂，酸酐官能的有机硅树脂，或其混合物，和任选的热催化剂。可以单部分体系形式制备这些组合物，所述单部分体系为接近凝胶点的固体形式，在所有组分存在的情况下，一旦施加热量，则形成充分地固化的组合物。当施加热量时，组合物显示出一定的流动，然后固化。正因为如此，可以各种形式，例如粒料或者转移膜形式，输送组合物以容易地用在模塑操作中或者薄膜粘合剂应用中。

[0005] 环氧基聚硅氧烷结合醇官能的有机硅树脂是本领域已知的。例如，美国专利 5814679(1998 年 9 月 29 日)公开了可光固化的组合物的共混物，所述组合物含有环氧官能化聚硅氧烷和含醇官能团的长链非树脂聚硅氧烷。' 679 专利表明长链非树脂的含醇的聚硅氧烷与环氧官能化的聚硅氧烷共聚或者共固化，从而允许配制优良剥离性可光固化的聚硅氧烷组合物。

[0006] 一些类型的有机硅树脂结合环氧树脂是本领域已知的。例如，美国专利 5135993(1992 年 8 月 4 日)公开了 (A) 可固化的环氧树脂，和 (B) 含有诸如 (i)  $\text{PhSiO}_{3/2}$ ，(ii)  $\text{R}_2\text{SiO}$ ，和 (iii) 氨基官能的甲硅烷氧基单元，例如 (a)  $\text{H}_2\text{NR}^i\text{SiO}_{3/2}$ ，(b)  $\text{R}^{iv}\text{HNR}^{ii}\text{SiO}_{3/2}$ ，(c)  $(\text{R}^{iv}\text{HNR}^{ii})_{3-y}(\text{R}^v)_y\text{SiO}_{1/2}$ ，和 (d)  $(\text{H}_2\text{NR}^{ii})_{3-x}(\text{R}^v)_x\text{SiO}_{1/2}$  之类单元的氨基官能的有机硅树脂的共混物。

[0007] 相反，本发明涉及可模塑的组合物，它包括缩水甘油醚环氧树脂或其氢化形式，醇官能的有机硅树脂，酸酐官能的有机硅树脂，或其混合物，和任选的热催化剂。优选地，醇和酸酐基团与环氧基团之比为 0.5-1.2。

[0008] 本发明涉及一种可热固化的组合物，它包含：(a) 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂；(b) 50-300 重量份醇官能的有机硅树脂或醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂的混合物；和任选地 (c) 0-10 重量份的热催化剂；其中醇官能的有机硅树脂含有下述单元： $(\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2})_a(\text{R}^2_2\text{SiO}_{2/2})_b(\text{R}^3\text{SiO}_{3/2})_c$ ，和  $(\text{SiO}_{4/2})_d$  其中  $\text{R}^1$  和  $\text{R}^2$  各自独立地为氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基、或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基； $\text{R}^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基、或者芳基，a 的数值小于或等于 0.5，b 的数值小于或等于 0.3，c 的数值为 0.3-0.8，d 的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d=1$ ；每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基；大于 10wt% 的  $\text{R}^1+\text{R}^2+\text{R}^3$  基是苯基，和酸酐官能的有机硅树脂含有下述单元：(i)  $(\text{R}^4_3\text{SiO}_{1/2})_e$  (ii)  $(\text{R}^5_2\text{SiO}_{2/2})_f$  (iii)  $(\text{R}^6\text{SiO}_{3/2})_g$ ，和 (iv)  $(\text{SiO}_{4/2})_h$  其中  $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$  和  $\text{R}^6$  各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基；e 的数值为 0.1-0.6，f 的数值为 0-0.3，g 的数值为 0.3-0.8，h 的数值为 0-0.3；e、f、g 和 h 之和为 1；和该树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。

[0009] 本发明还涉及一种可热固化的组合物，它包含：(a) 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂或其氢化形式；(b) 50-300 重量份醇官能的有机硅树脂或醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂的混合物；和 (c) 0.01-10 重量份热催化剂；其中醇官能的有机硅树脂含有下述单元： $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2_2SiO_{2/2})_b(R^3SiO_{3/2})_c$ ，和  $(SiO_{4/2})_d$  其中  $R^1$  和  $R^2$  各自独立地为氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基、或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基； $R^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基、或者芳基， $a$  的数值小于或等于 0.5， $b$  的数值小于或等于 0.3， $c$  的数值为 0.3-0.8， $d$  的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d = 1$ ；每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基；大于 10wt% 的  $R^1+R^2+R^3$  基是苯基，和酸酐官能的有机硅树脂含有下述单元：(i)  $(R^4_3SiO_{1/2})_e$  (ii)  $(R^5_2SiO_{2/2})_f$  (iii)  $(R^6SiO_{3/2})_g$ ，和 (iv)  $(SiO_{4/2})_h$  其中  $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基； $e$  的数值为 0.1-0.6， $f$  的数值为 0-0.3， $g$  的数值为 0.3-0.8， $h$  的数值为 0-0.3；和  $e$ 、 $f$ 、 $g$  和  $h$  之和为 1；和该树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。

[0010] 在一个实施方案中，上述组合物进一步包含 (d) 0.1-200 重量份有机多元醇、有机酸酐或其混合物。

[0011] 此外，本发明涉及可模塑的组合物，它含有：(a) 100 重量份不含硅原子的缩水甘油醚环氧树脂；和 (b) 50-300 重量份含下述单元的醇官能的有机硅树脂：

[0012]  $(R^1_3SiO_{1/2})_a$

[0013]  $(R^2_2SiO_{2/2})_b$

[0014]  $(R^3SiO_{3/2})_c$ ，和

[0015]  $(SiO_{4/2})_d$ 。

[0016] 在上式中， $R^1$  和  $R^2$  各自独立地为氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基、或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基。 $R^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基或者芳基， $a$  的数值小于或等于 0.5， $b$  的数值小于或等于 0.3， $c$  的数值为 0.3-0.8， $d$  的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d = 1$ 。

[0017] 每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基。优选地，在醇官能的有机硅树脂组分 (b) 内  $R^1+R^2+R^3$  基含有足够高含量的苯基，以提供组分 (b) 与组分 (a) 的合适的相容性。优选地，大于 10wt% 的  $R^1+R^2+R^3$  基是苯基，更优选大于 25wt%。含有缩水甘油醚环氧树脂和醇官能的有机硅树脂的可热固化的组合物也可含有 (c) 0-10 重量份，优选 0.01-10 重量份，更优选 0.1-5 重量份的热催化剂，和 (d) 0-200 重量份，优选 0.1-200 重量份，更优选 50-150 重量份的有机多元醇。

[0018] 本发明还涉及一种涂料组合物，它含有 (a) 100 重量份不含硅原子的缩水甘油醚环氧树脂；和 (b) 50-300 重量份含有下述单元的酸酐官能的有机硅树脂：

[0019] (i)  $(R^4_3SiO_{1/2})_e$

[0020] (ii)  $(R^5_2SiO_{2/2})_f$

[0021] (iii)  $(R^6SiO_{3/2})_g$ ，和

[0022] (iv)  $(SiO_{4/2})_h$ 。

[0023] 在式 (i)-(iv) 中， $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  可各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1-8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基。 $e$  的数值为 0.1-0.6， $f$  的数值为 0-0.3， $g$  的

数值为 0.3-0.8, h 的数值为 0-0.3。优选地, e 为 0.2-0.4, f 为 0-0.2, g 为 0.5-0.8, 和 h 为 0。e、f、g 和 h 之和为 1。树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。含有缩水甘油醚环氧树脂和酸酐官能的有机硅树脂的可热固化的组合物也可含有 (c) 0-10 重量份, 优选 0.010-10 重量份, 更优选 0.1-5 重量份的热催化剂, 和 (d) 0-200 重量份, 优选 0.1-200 重量份, 更优选 50-150 重量份有机酸酐。

[0024] 缩水甘油醚环氧树脂

[0025] 此处所使用的组分 (a) 缩水甘油醚环氧树脂是不含硅原子的树脂。这种树脂是已知的组分, 且例如公开于美国专利 4977199 (1990 年 12 月 11 日)。在 ' 199 专利的第 9-10 栏中, 详细地公开了许多合适的树脂组分。' 199 专利在此通过参考引入。美国专利 6579914 (2003 年 6 月 17 日) 的第 4 和 5 栏, 和美国专利 6646102 (2003 年 11 月 11 日) 的第 24-27 栏均公开了适合于此处使用的许多额外的树脂组合物。' 914 和 ' 102 专利也在此通过参考引入。

[0026] 一般地, 这些树脂包括: 由双酚 A 与表氯醇反应衍生得到的双酚 A 的二缩水甘油醚; 由双酚 A 与醇 (例如正丁醇和表氯醇) 反应衍生得到的双酚 A 的缩水甘油醚; 芳基缩水甘油醚环氧树脂; 多核酚的缩水甘油醚环氧树脂; 芳基缩水甘油醚环氧树脂; 双核芳基缩水甘油醚环氧树脂; 多核芳基缩水甘油醚环氧树脂; 甲酚-线型酚醛缩水甘油醚环氧树脂; 和苯酚-线型酚醛缩水甘油醚环氧树脂; 和含芳基环氧化物的氢化形式。

[0027] 可使用的合适的缩水甘油醚环氧树脂的一些代表性实例包括: 2-甲基苯酚缩水甘油醚; 4-甲基苯酚缩水甘油醚; 4-甲氧基苯酚缩水甘油醚; 2, 6-二甲基苯酚缩水甘油醚; 2, 6-二异丙基苯酚缩水甘油醚; 2, 6-二溴苯酚缩水甘油醚; 1, 2-、1, 3-和 1, 4-二羟基苯二缩水甘油醚; 1, 4-、1, 5-和 2, 6-二羟基萘二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四甲基) 双酚 A 二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四甲基 -2, 2', 6, 6' -四溴) 双酚 A 二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四甲基) 双酚 F 二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四甲基) 双酚二缩水甘油醚; 4, 4' -双酚二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四甲基 -2, 2', 6, 6' -四溴) 双酚二缩水甘油醚; 4, 4' -双酚 F 二缩水甘油醚; 4, 4' -双酚砒二缩水甘油醚; 4, 4' -(3, 3', 5, 5' -四溴) 双酚 A 二缩水甘油醚; 4, 4' -双酚 A 二缩水甘油醚; 4, 4' -双酚 K 二缩水甘油醚; 9, 9-双 (4-羟苯基) 氟二缩水甘油醚; 1, 3-双 (4-羟苯基) 金刚烷二缩水甘油醚; 苯酚-甲醛线型酚醛缩水甘油醚; 间甲酚-甲醛线型酚醛缩水甘油醚; 苯酚-二环戊二烯基线型酚醛缩水甘油醚; 萘酚-甲醛线型酚醛缩水甘油醚; 三-苯酚甲烷三缩水甘油醚; 三 (3, 5-二甲基 -4-羟苯基) 甲烷三缩水甘油醚; 和 1, 1, 2, 2-四苯酚乙烷四缩水甘油醚。

[0028] 此处可使用的缩水甘油醚环氧树脂的优选商业产品的一个实例是 D.E.R. ® 331 环氧树脂。它是 The Dow Chemical Company, Midland, Michigan 的产品。这一组合物是表氯醇和双酚 A 的反应产物。它的环氧当量为 182-192g/eq, 环氧百分数为 22.4-23.6%, 和粘度为 11,000-14,000mPa.s。另一优选的商业产品是 Eponex ® 1510 氢化环氧树脂。它是 Resolution Performance Products Houston, Texas 的产品。Eponex ® 1510 的环氧当量为 210-220g/eq。

[0029] 醇官能的有机硅树脂

[0030] 组分 (b) 的醇官能的有机硅树脂含有下述单元：

[0031]  $(R^1_3SiO_{1/2})_a$

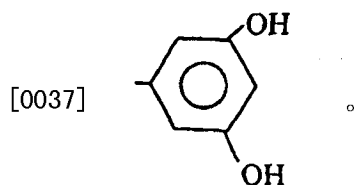
[0032]  $(R^2_2SiO_{2/2})_b$

[0033]  $(R^3SiO_{3/2})_c$ ，和

[0034]  $(SiO_{4/2})_d$ 。

[0035] 在上式中， $R^1$  和  $R^2$  各自独立地为氢原子，具有 1-8 个碳原子的烷基，芳基，具有至少 3 个碳原子的不含芳基的醇基，或者具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基。 $R^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基，或者芳基， $a$  的数值小于或等于 0.5， $b$  的数值小于或等于 0.3， $c$  的数值为 0.3-0.8， $d$  的数值小于 0.5，和  $a+b+c+d = 1$ 。每一醇官能的有机硅树脂分子存在平均至少一个醇基。优选地，在醇官能的有机硅树脂组分 (b) 内  $R^1+R^2+R^3$  基含有足够高含量的苯基，以提供组分 (b) 与组分 (a) 的合适的相容性。优选地，大于 10wt% 的  $R^1+R^2+R^3$  基是苯基，更优选大于 25wt%。

[0036] 此处所使用的措辞“醇基”被视为含有至少一个与碳键合的羟基 (COH) 的任何基团。醇基可含有大于一个 COH 基，例如



[0038] 醇官能的有机硅树脂内的烷基可例举甲基、乙基、丙基、丁基、戊基、己基和辛基，其中烷基典型地为甲基。芳基可例举苯基、萘基、苈基、甲苯基、二甲苯基、联苯基、甲基苯基、2-苯乙基、2-苯基-2-甲基乙基、氯苯基、溴苯基和氟苯基，其中芳基典型地为苯基。

[0039] 具有至少 3 个碳原子且不含芳基的醇基可例举基团  $R^7OH$ ，其中  $R^7$  是具有至少 3 个碳原子的二价烃基，或者具有至少 3 个碳原子的二价烃氧基， $R^7$  可例举亚烷基，例如  $-(CH_2)_m-$ ，其中  $m$  为 3-10， $-CH_2CH(CH_3)-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2CH_2CH_2-$  和  $-OCH(CH_3)(CH_2)_m-$ ，其中  $m$  为 1-10。具有至少 3 个碳原子且不含芳基的醇基还可例举基团  $R^8(OH)CH_2OH$ ，其中  $R^8$  是基团  $-CH_2CH_2(CH_2)_mOCH_2CH-$ ，其中  $m$  为 1-10。

[0040] 具有至少 6 个碳原子的含芳基的醇基可例举  $R^9OH$ ，其中  $R^9$  是亚芳基，例如  $-(CH_2)_nC_6H_4-$ ，其中  $n$  为 0-10， $-CH_2CH(CH_3)(CH_2)_nC_6H_4-$ ，其中  $n$  为 0-10，和  $-(CH_2)_nC_6H_4(CH_2)_n-$ ，其中  $n$  为 1-10。含芳基的醇基典型地具有 6-14 个原子。

[0041] 在本发明的醇官能的有机硅树脂中， $a$  的数值小于或等于 0.5，优选 0.2-0.4； $b$  的数值小于或等于 0.3，优选 0-0.2； $c$  的数值为 0.3-0.8，优选 0.4-0.8； $d$  的数值小于 0.5，优选 0-0.1，和数值  $a+b+c+d = 1$ 。当每一  $R^2$  基是甲基时， $b$  的数值优选小于 0.1。以每一个醇官能的有机硅树脂分子计，本发明的醇官能的有机硅树脂平均具有至少一个醇基。优选地，每一个醇官能的有机硅树脂中醇基的当量为 100-1,000，更优选 200-800。

[0042] 一些合适的醇官能的有机硅树脂用下述表示：

[0043] I. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂：

[0044]  $((CH_3)_3SiO_{1/2})_a$

- [0045]  $((R^2)CH_3SiO_{2/2})_b$ , 其中  $R^2$  是  $-(CH_2)_3C_6H_4OH$
- [0046]  $((C_6H_5)CH_3SiO_{2/2})_b$ , 和
- [0047]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ ,
- [0048] II. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0049]  $((R^1)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 其中  $R^1$  是  $-(CH_2)_3C_6H_4OH$ , 和
- [0050]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ ,
- [0051] III. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0052]  $((R^1)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 其中  $R^1$  是  $-(CH_2)_3OH$ , 和
- [0053]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ ,
- [0054] IV. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0055]  $((R^1)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 其中  $R^1$  是  $-(CH_2)_3OH$
- [0056]  $(CH_3SiO_{3/2})_c$ , 和
- [0057]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ ,
- [0058] V. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0059]  $((CH_3)_3SiO_{1/2})_a$
- [0060]  $((R^2)CH_3SiO_{2/2})_b$ , 其中  $R^2$  是  $-(CH_2)_3OH$
- [0061]  $((C_6H_5)CH_3SiO_{2/2})_b$ , 和
- [0062]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ ,
- [0063] VI. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0064]  $((CH_3)_3SiO_{1/2})_a$
- [0065]  $((R^1)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 其中  $R^1$  是  $-(CH_2)_3OH$ , 和
- [0066]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$ , 和
- [0067] VII. 含下述单元的醇官能的有机硅树脂:
- [0068]  $((R^1)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 其中  $R^1$  是  $-CH_2CH(CH_3)CH_2OH$
- [0069]  $((H)(CH_3)_2SiO_{1/2})_a$ , 和
- [0070]  $(C_6H_5SiO_{3/2})_c$
- [0071] 在式 I-VII 中, 在树脂内 a 的总值为 0.2-0.4, 在树脂内 b 的总值为 0-0.3, 和在树脂内 c 的总值为 0.3-0.8。
- [0072] 可在 (C) 氢化硅烷化催化剂和任选地 (D) 至少一种溶剂存在下, 通过使:
- [0073] (A) 含下式单元的至少一种氢官能的有机硅树脂:
- [0074]  $(R^{10}_3SiO_{1/2})_a$
- [0075]  $(R^{11}_2SiO_{2/2})_b$
- [0076]  $(R^3SiO_{3/2})_c$ , 和
- [0077]  $(SiO_{4/2})_d$  与
- [0078] (B) 至少一种乙烯基封端的醇反应,
- [0079] 来制备醇官能的有机硅树脂。
- [0080] 在上式中,  $R^{10}$  和  $R^{11}$  各自独立地为具有 1-8 个碳原子的烷基, 芳基, 或者氢原子;  $R^3$  是具有 1-8 个碳原子的烷基, 或芳基, a 的数值小于或等于 0.6; b 的数值小于或等于 0.3, c 为 0.3-0.8, d 小于 0.5;  $a+b+c+d = 1$ ; 和条件是至少两个与硅键合的氢原子

存在于有机硅树脂内。

[0081] 酸酐官能的有机硅树脂

[0082] 酸酐官能的有机硅树脂 (b) 含有下式的单元：

[0083] (i)  $(R^4_3SiO_{1/2})_e$

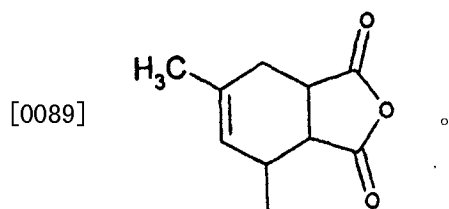
[0084] (ii)  $(R^5_2SiO_{2/2})_f$

[0085] (iii)  $(R^6SiO_{3/2})_g$ ，和

[0086] (iv)  $(SiO_{4/2})_h$ 。

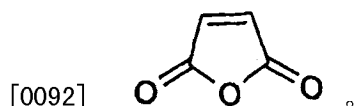
[0087] 在式 (i)–(iv) 中， $R^4$ 、 $R^5$  和  $R^6$  可各自独立地表示酸酐基团、氢原子、具有 1–8 个碳原子的烷基、芳基、芳烷基或烷芳基。 $e$  的数值为 0.1–0.6， $f$  的数值为 0–0.3， $g$  的数值为 0.3–0.8， $h$  的数值为 0–0.3。优选地， $e$  为 0.2–0.4， $f$  为 0–0.2， $g$  为 0.5–0.8，和  $h$  为 0。 $e$ 、 $f$ 、 $g$  和  $h$  之和为 1。树脂分子的平均组成含有大于两个酸酐基团。优选地，以酸酐官能的有机硅树脂计，酸酐基团的当量为 100–1,000，更优选 200–800。

[0088] 合适的酸酐基团和优选的酸酐基团的代表是以下所示的四氢邻苯二甲酸酐：



[0090] 合适的烷基包括甲基、乙基、丙基、丁基和辛基。合适的芳基是苯基。芳烷基可包括苄基、苯乙基和 2-苯丙基。烷芳基可以是甲苯基或二甲苯基。

[0091] 在 2004 年 9 月 29 日提交的共同转让人的悬而未决的美国临时申请序列号 No.60/614249 中公开了酸酐官能的有机硅树脂和制造该树脂的方法，以及实施例 B2 中所使用的树脂，在此通过参考将其引入。优选地，通过首先制备 SiH 官能的树脂中间体，接着用 2-甲基-3-丁炔-2-醇 ( $HC \equiv CC(CH_3)_2OH$ ) 氢化硅烷化 SiH 官能的树脂中间体，脱水形成二烯官能团，并 Diels–Alder 加成马来酸酐，从而制备酸酐官能的有机硅树脂。



### 马来酸酐

[0093] 在诸如苯、甲苯、二甲苯、四氢呋喃、二乙醚之类溶剂中，在  $-50^\circ\text{C}$  到  $100^\circ\text{C}$  的温度下进行反应。反应典型地进行 30 分钟–24 小时，通常 6–12 小时。所使用的马来酸酐的用量与 SiH 官能的树脂中间体的用量之比以摩尔为基础计为 1 : 0.1 到 1 : 2.5，优选 1 : 0.2 到 1 : 1.5。

[0094] 氢化硅烷化要求催化剂以进行含有  $\equiv SiH$  的反应物和含有不饱和的反应物之间的反应。合适的催化剂是第 VIII 族过渡金属。可使用的金属催化剂的一些实例是美国专利 3419593 (1968 年 12 月 31 日) 公开的由氯铂酸与含有末端脂族不饱和的有机基硅化合物反应得到的铂催化剂；Karstedt 在其美国专利 3715334 (1973 年 2 月 6 日) 和美国专利 3814730 (1974 年 6 月 4 日) 公开的 Karstedt 催化剂（它是基本上不含化学结合的卤素的铂–乙烯基硅氧烷）；美国专利 3923705 (1975 年 12 月 2 日) 公开的沉积的铂催化剂和络合的铂催化剂；美国专利 5175325 (1992 年 12 月 29 日) 中公开的通过使卤化亚铂与具

有含末端烯属不饱和的与硅键合的有机基团的有机基聚硅氧烷反应制备的铂-有机基聚硅氧烷络合物；和承载在活性碳颗粒上的铂。

[0095] 热催化剂

[0096] 任选的组分 (c) 热催化剂可例举 (i) 脂族和芳族叔胺，例如二甲基丙胺、吡啶、二甲基氨基吡啶、二甲基苄基胺和二甲基氨基苯酚；(ii) 胺盐；(iii) 三氟化硼络合物；(iv) 胺硼酸盐；(v) 潜催化剂，例如三氟化硼、单乙胺和双氰胺；和 (vi) 咪唑类，例如 2-乙基咪唑和以商品名 IMICURE® EMI-2, 4 获自 Air Products & Chemicals Incorporated, Allentown, Pennsylvania 的 2-乙基-4-甲基咪唑。其它有用的热催化剂的一些实例包括 (vii) 路易斯酸和路易斯酸络合物，其中包括三氯化铝、三溴化铝、三氟化硼、三氯化硼、五氟化锑、四氟化钛、三氟化硼和三氯化硼络合物，例如以商品名 OMICURE® BC-120 获自 CVC Specialty Chemicals, Incorporated, Maple Shade, New Jersey 的  $\text{BF}_3$ 、二乙胺、 $\text{BCl}_3$  胺络合物；(viii) 酰肼，例如氨基二酰肼；(ix) 胍类，例如四甲基胍；和 (x) 双氰胺。尽管含组分 (a) 和 (b) 的组合物可在没有催化剂的情况下固化，但包括催化剂将加速固化。热催化剂可以基于 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂为 0-10 重量份的用量存在于组合物内。优选地，可基于相同的基础，以 0.01-10 重量份，更优选 0.1-5 重量份的用量使用热催化剂。

[0097] 有机多元醇

[0098] 任选的组分 (d) 有机多元醇是同样在 '199 专利的第 13-19 栏中详细地公开的已知组分。一些代表性的有机多元醇包括聚醚多元醇，例如多羟基烷烃和聚氧亚烷基多元醇；丙烯酸和乙烯基多元醇；聚酯多元醇；聚己内酯多元醇；和其它内酯多元醇，例如聚戊内酯多元醇，和聚甲基己内酯多元醇。

[0099] 合适的聚醚多元醇包括 (a) 多羟基烷烃的氧化烯加合物；(b) 非还原性糖和糖衍生物的氧化烯加合物；(c) 亚磷酸和多亚磷酸的氧化烯加合物；(d) 多元酚的氧化烯加合物；和 (e) 来自天然油例如蓖麻油的多元醇。

[0100] 在本发明的涂料组合物中最优选使用的一组有机多元醇是聚己内酯多元醇，其代表性实例是以商品名 TONE™ 由 The Dow Chemical Company, Midland, Michigan 销售的许多可商购的产品。在实施例中使用 TONE™ 0305 多元醇。它是在涂料应用中使用的低当量的三官能团液体多元醇。关于这些和其它合适的有机多元醇的类型的详细信息可参见 '199 专利。有机多元醇可以基于 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂为 0-200 重量份的用量存在于组合物内。优选地，可基于 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂，使用用量为约 0.1-200 重量份的有机多元醇，更优选基于相同的基础，使用 50-150 重量份。

[0101] 有机酸酐

[0102] 存在于可热固化的组合物内的组分 (d) 有机酸酐包括诸如马来酸酐、琥珀酸酐、六氢邻苯二甲酸酐、四氢邻苯二甲酸酐、十二烷基琥珀酸酐、邻苯二甲酸酐、甲基桥亚甲基四氢邻苯二甲酸酐、苯均四酸二酐之类的化合物及其混合物。尤其可用于本发明的有机酸酐是六氢邻苯二甲酸酐，它获自于 Buffalo Chemical Color Corporation, Buffalo, New York。这些有机酸酐也可水解，得到由其衍生的二酸，但二酸不是优选的，它们可用于制造本发明的可热固化的组合物。基于 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂，有机酸酐可以以 0-200 重量份的用量存在于组合物内。优选地，可以基于 100 重量

份缩水甘油醚环氧树脂，以约 0.1-200 重量份的用量，更优选基于相同的基础，以 50-150 重量份的用量使用有机酸酐。

#### [0103] 填料

[0104] 任选的组分 (e) 填料当包括在组合物内时，它应当是没有负面影响可热固化组合物的粘结特性的填料。合适的填料的一些代表性实例包括金属碳酸盐，例如碳酸钙，其中包括白垩、方解石、泥灰岩、石灰华、大理石和石灰石；碳酸镁钙；碳酸钠；碳酸镁；二氧化硅，其中包括无定形二氧化硅、石英、玻璃珠、玻璃泡和玻璃纤维；硅酸盐，其中包括滑石，粘土，例如蒙脱石、长石、云母、硅酸钙、偏硅酸钙、硅铝酸钠和硅酸钠；金属硫酸盐，其中包括硫酸钙、硫酸钡、硫酸钠、硫酸钠铝、硫酸铝；石膏；蛭石；木浆；三水合铝；金属氧化物，其中包括氧化钙、石灰、氧化铝和二氧化钛；和金属亚硫酸盐，其中包括亚硫酸钙。最优选二氧化硅填料。当存在填料时，基于 100 重量份缩水甘油醚环氧树脂，热固化组合物可包括 0.1-80 重量份填料。

[0105] 可使用本发明的组合物制备单部分薄膜粘合剂和可模塑的粒料。也可使用该组合物，通过传递模塑（它涉及熔体加工，接着固化）包封电子组件。缩水甘油醚环氧树脂增加涂层和粘合剂的韧度和粘合性，而醇官能的有机硅树脂和酸酐官能的有机硅树脂增加耐水性、耐候性、热稳定性和挠性。可通过一起结合并混合组合物中的各组分，施加该组合物到基底的至少一个表面上，并固化该组合物或者使之固化，从而制备并在这些应用中使用涂料组合物。可通过简单地一起混合合适的成分，来制备组合物。现有的标准技术的混合和施加技术与设备可用于制备和使用该组合物。例如，可通过加热制品施加组合物到基底的至少一个表面上，将加热的制品与组合物接触地放置，并固化该组合物，从而将制品粘附到基底上。类似地，可通过在待包封的制品上传递模塑组合物，将该制品暴露于热量下，并使之或者引起组合物流动和固化，从而包封制品。

### 实施例

[0106] 列出下述实施例，为的是更加详细地阐述本发明。

[0107] 实施例 A1- 制备 SiH 官能的有机硅树脂中间体 A

[0108] 通过 0.19g 三氟甲磺酸 (TFMSA) 催化 59.7g 苯基三甲氧基硅烷和 204g 甲基三甲氧基硅烷，然后用 37.9g 去离子水水解。接着蒸馏并除去副产物甲醇。添加 88.7g 1, 1, 3, 3- 四甲基 -1, 3- 二硅氧烷 (TMDS) 和 39.6g 乙酸。加热该混合物到 50°C 3 小时。通过蒸馏除去甲醇和乙酸甲酯。添加 228.1g 甲苯，并用 (i) 饱和碳酸氢钠水溶液和 (ii) 多等份的去离子水洗涤该混合物。然后过滤该混合物，并借助共沸蒸馏干燥水。回收 431.6g 溶液。它含有结构对应于通式  $M^H_{0.4}T^{Me}_{0.5}T^{Ph}_{0.1}$  的组成，其中  $M^H$  表示  $H(CH_3)_2SiO_{1/2}$ ， $T^{Me}$  表示  $CH_3SiO_{3/2}$ ，和  $T^{Ph}$  表示  $C_6H_5SiO_{3/2}$ 。

[0109] 实施例 A2- 制备醇官能的有机硅树脂

[0110] 加热 431.6g 实施例 A1 中制备的 SiH 官能的有机硅树脂中间体 A 到 70-95°C。并添加 0.9g 1wt% 在  $Al_2O_3$  上的铂氢化硅烷化催化剂，接着添加 209.1g 烯丙醇。在 70-110°C 下加热该混合物，直到 SiH 被消耗。这通过追踪在 FTIR 光谱内 SiH 峰（它典型地出现在约  $2165cm^{-1}$  处）的消失来确定。添加 0.04g 三苯基膦和 0.75g 碳黑。过滤产物混合物，并除去溶剂。回收 260.5g 醇官能的有机硅树脂，通过  $^{29}Si$  NMR 测定其组成为

$M^{PrOH}_{0.361} T^{Me}_{0.517} T^{Ph}_{0.101}$ , 其中  $M^{PrOH}$  表示  $(HO(CH_2)_3)(CH_3)_2SiO_{1/2}$ ,  $T^{Ph}$  表示  $C_6H_5SiO_{3/2}$ , 和  $T^{Me}$  表示  $CH_3SiO_{3/2}$ 。

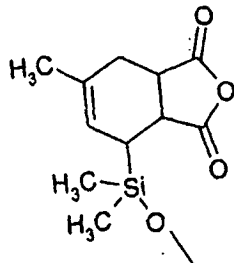
[0111] 实施例 B1- 制备 SiH 官能的有机硅树脂中间体 B

[0112] 在三氟甲磺酸 (4.93g) 存在下, 用去离子水 (252.3g) 水解甲基三甲氧基硅烷  $CH_3Si(OCH_3)_3$  (4958.4g)。添加 1, 1, 3, 3- 四甲基 -1, 3- 二硅氧烷 (TMDS) (5456.4g) 和额外的去离子水 (725.8g)。通过蒸馏除去挥发性内容物, 然后将产物混合物溶解在己烷 (2210g) 内。用饱和碳酸氢钠水溶液和多等份的去离子水洗涤产物溶液。然后在硫酸镁上干燥, 过滤并除去任何残留的溶剂。产物通过  $^{29}Si$  NMR 测定其组成为  $M^H_{0.54} D^{Me2}_{0.03} T^{Me}_{0.43}$ , 其中  $M^H$  是  $H(CH_3)_2SiO_{1/2}$ ,  $D^{Me2}$  是  $(CH_3)_2SiO_{2/2}$ , 和  $T^{Me}$  是  $CH_3SiO_{3/2}$ 。

[0113] 实施例 B2- 制备酸酐官能的有机硅树脂 2

[0114] 将 2- 甲基 -3- 丁炔 -2- 醇 (200.35g) 和 0.51g 含 0.481wt% 铂 (二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物形式) 的甲苯溶液加热到  $95^\circ C$ 。将 200.17g 实施例 B1 的 SiH 官能的有机硅树脂中间体 B 溶解在二甲苯 (86.04g) 内, 并逐滴加入到所述溶液中。在  $90-100^\circ C$  下加热混合物 8.5 小时之后, 真空除去溶剂。将产物溶解在二甲苯 (300.0g) 内, 并添加硫酸氢钾 (4.01g)。加热该混合物, 通过保持回流温度 8 小时以共沸物形式除去水。添加马来酸酐 (313.1g), 并加热该混合物至回流 48 小时。真空除去溶剂。将产物再溶解在甲苯 (491.4g) 内并过滤。汽提甲苯, 得到 415.5g 粘稠的琥珀色液体。液体产物的  $^{29}Si$  NMR 光谱表明含有在 7ppm (0.21mol 分数,  $M^R$ )、在 -20ppm (0.29mol 分数,  $(CH_3)_2SiO_{2/2}$ )、和在 -66ppm (0.40mol 分数,  $CH_3SiO_{3/2}$ ) 的化学位移 (相对于四甲基硅烷的 0ppm) 处集中的主峰。单元  $M^R$  是以下详细地示出的四氢邻苯二甲酸酐。

[0115]



[0116] 实施例 1- 醇官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂粒料

[0117] 在实验室烘箱内, 将在玻璃小瓶中的 5.1g 实施例 A2 中制备的固体醇官能的有机硅树脂加热到  $160^\circ C$ , 以提供可流动的液体。将该液体转移到  $100^\circ C$  的烘箱内。预调节 1.3g D.E.R.® 331 缩水甘油醚环氧树脂到  $100^\circ C$ , 并将其加入到醇官能的有机硅树脂中。用木制刮刀剧烈混合该混合物。将该混合物立即倾倒入 3mm 直径的圆柱形聚丙烯模具内, 并在冻干器内冷却, 以便使之快速硬化。使用剃须刀刀片剖开聚丙烯模具, 释放醇官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂棒, 然后将该棒切割成 5mm 长的粒料。

[0118] 将一个粒料置于两个 8mm 的平行板之间。加热板到  $70^\circ C$ , 以允许材料在两块板之间被挤压并在 Rheometrics RDA2 流变仪上修整 (trim)。在作为温度的函数测量其粘度之前, 冷却材料到室温, 以便评价其熔融和固化性能。对于含有醇官能的有机硅树脂和 D.E.R.® 331 环氧树脂的组合物来说, 借助熔融和固化曲线, 测定熔融和固化性能。熔融和固化曲线表明, 在固化反应开始之前, 固体粒料软化成粘度为约 2Pa.s 的液体, 且它在高于  $120^\circ C$  的温度下不可逆地交联该组合物。在电子工业中, 这类熔融和固化曲线对于

在传递模塑应用中所使用的材料来说是典型的。

[0119] 实施例 2- 醇官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂薄膜粘合剂

[0120] 将实施例 1 中制备的三个粒料置于 2" × 3" 的 40mil 厚的 Teflon® 为衬里的钢模套模具内, 并在 10,000 磅的压力下在 135°C 下置于 Carver 热压机内 2 分钟。在从压机中取出模具之后, 在两块 Teflon® 隔离片材之间夹持 40mil 厚的醇官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂材料的层压体。从该层压体中切割 0.5 英寸的条, 并从一侧除去隔离衬垫, 以暴露粘合剂材料。

[0121] 将粘合剂材料压制到钢板上, 并成功地取下另一侧的隔离衬垫。这将粘合膜转移到钢板上。在烘箱内加热 0.5 盎司的玻璃小瓶到 110°C, 并将热的小瓶的底部压制到粘合膜上。它与小瓶底部形成良好的粘结并被完全润湿。在 150°C 下固化该粘结过夜以便完全固化该组合物。它与小瓶形成良好结构的粘结体。这一实施例表明, 该组合物适合于在电子应用中、特别是在其中热的芯片粘合到金属基底上的应用中用作薄膜粘合剂。

[0122] 实施例 3- 不具有热催化剂的酸酐官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂薄膜粘合剂

[0123] 在 80°C 烘箱内温热实施例 B2 中制备的酸酐官能的有机硅树脂, 和多官能环氧树脂, 获自 CVC Specialty Chemicals, Incorporated, Maple Shade, New Jersey 的 1, 1, 1- 三(对羟苯基)乙烷缩水甘油醚 (THPE-GE), 以使它们变成容易流动的液体。混合 2 份酸酐官能的有机硅树脂与 1 份环氧树脂, 并将混合物倾倒在 2" × 3" 的 40mil 厚的 Teflon® 为衬里的钢模套模具内, 并在 10,000 磅的压力下在 100°C 下置于 Carver 热压机内 2 分钟。在从压机中取出模具之后, 在两个 Teflon® 隔离片材之间夹持 40mil 厚的酸酐官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂材料的层压体。从该层压体中切割 0.5 英寸的条, 并从一侧除去隔离衬垫, 以暴露粘合剂材料。

[0124] 将粘合剂材料压制到清洁的 4 英寸的硅片上, 并成功地除去另一侧的隔离衬垫。这将粘合膜转移到硅片上。在烘箱内加热 0.5 盎司的玻璃小瓶到 85°C, 并将热的小瓶的底部压制到粘合膜上。它与小瓶底部形成良好的粘结并完全润湿。在 150°C 下固化该粘结体 1 小时, 接着在 200°C 下固化 1 小时, 以便完全固化该组合物, 然后缓慢冷却到室温。该薄膜粘合剂在硅片和小瓶之间形成良好的结构粘结。这一实施例表明, 该组合物适合于在电子应用中、特别是在其中在升高的温度下芯片粘合到金属基底的应用中用作薄膜粘合剂。

[0125] 实施例 4- 具有咪唑热催化剂的酸酐官能的有机硅树脂 / 缩水甘油醚环氧树脂薄膜粘合剂

[0126] 以与实施例 3 相同的方式制备薄膜粘合剂转移膜, 所不同的是, 在于 60°C 下在 Teflon 膜之间挤压之前, 将 1 滴 25% 2- 乙基 -4- 甲基咪唑的乙醇溶液加入到该混合物中。从该层压体中切割 0.5 英寸的条, 并从一侧除去隔离衬垫, 以暴露粘合剂材料。将粘合剂材料压制到清洁的 4 英寸的硅片上, 并成功地除去另一侧的隔离衬垫。这将粘合膜转移到硅片上。在烘箱内加热 0.5 盎司的玻璃小瓶到 85°C, 并将热的小瓶的底部压制到粘合膜上。它与小瓶底部形成良好的粘结并完全被润湿。在 150°C 下固化该粘结体 1 小时, 以便完全固化该组合物, 然后缓慢冷却到室温。该薄膜粘合剂与小瓶形成良好的结构粘结。这一实施例表明, 该组合物适合于用作薄膜粘合剂, 和可通过使用咪唑或类似的催

化剂加速固化。

[0127] 所述组合物的一些优势是，它在环境和储存温度下为固体。这便于容易处置和放置。在固化之前，它在低于 150℃ 的温度下还可熔融流动。这导致组合物可模塑，且当作为粘合剂施加时，能与基底良好接触。

[0128] 可在没有脱离本发明的基本特征的情况下，对此处所述的化合物、组合物和方法作出其它变化。此处具体地所述的本发明的实施方案仅仅是例举，不打算作为限制，本发明的范围通过所附权利要求书来定义。