

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

73979

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 39b⁵, 47/04

Zgłoszono: 29.09.1971 (P. 150 787)

Pierwszeństwo: _____

MKP C08g 47/04

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.01.1975

Twórcy wynalazku: Antoni Kozłowski, Paweł Rościszewski, Krystyna Daniszewska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Szybkoutwardzalna dwuskładnikowa kompozycja siloksanowa do wyrobu laminatów szklanosilikonowych

1

Przedmiotem wynalazku jest szybkoutwardzalna dwuskładnikowa kompozycja siloksanowa służąca do wyrobu laminatów szklanosilikonowych.

Wiadomo jest, że otrzymywanie laminatów szklanosilikonowych polega na sprasowaniu kilku lub kilkunastu warstw nasyconej kompozycją siloksanową tkaniny szklanej w temperaturze 175°C pod ciśnieniem od 6 do 70 kg/cm². Czas prasowania zależy od grubości laminatu i wynosi od 5 do 10 minut na każdy milimetr grubości laminatu. Kompozycje służące do wyrobu laminatów szklanosilikonowych składają się z żywicy metylofenylosiloksanowych i odpowiednich katalizatorów przyspieszających utwardzanie żywicy.

Żywice siloksanowe dotychczas stosowane do otrzymywania laminatów charakteryzują się stosunkiem molowym grup organicznych do krzemu (R/Si) 1,0—1,5 i zawierają od 0,1 do 1,0% wagowych grup hydroksylowych związanych z atomami krzemu (grupy silanolowe).

Katalizatorami utwardzania żywicy siloksanowych są sole kobaltu, cynku, cyny i ołowiu; aminy, zasady amoniowe, sole zasad amoniowych i kwasów organicznych oraz odpowiednie mieszaniny tych związków. Często stosowanym katalizatorem jest 2-etylokapronian choline zawierający niekiedy pewną ilość wolnej choline. Ilość katalizatora potrzebną do uzyskania odpowiedniej kompozycji skleja-
jącej ustala się oznaczając czas potrzebny do żelowania kompozycji w temperaturze 175°C to jest

2

temperaturze przetwórstwa kompozycji siloksanowej na laminaty. Za odpowiednie uznawano dotychczas kompozycje posiadające czas żelowania 50—150 sekund w temperaturze 175°C.

Podczas prasowania laminatów opartych na takich kompozycjach nie następuje całkowite utwardzenie się żywicy siloksanowej co powoduje, że uformowane laminaty posiadają nieodpowiednie własności dielektryczne i mechaniczne oraz łatwo rozwarstwiają się w podwyższonej temperaturze. Laminaty takie można wyjmować z prasy dopiero po ochłodzeniu się do 40—50°C, co poważnie utrudnia proces technologiczny. W celu całkowitego utwardzania żywicy w laminacie poddaje się laminat procesowi dotwardzania, który polega na stopniowym ogrzewaniu go od temperatury 90°C do 250°C w czasie 25 do 40 godzin.

Stwierdzono, że przy zastosowaniu kompozycji siloksanowej według wynalazku, całkowite utwardzenie się żywicy następuje już w procesie prasowania laminatu. Mimo krótkiego czasu żelowania kompozycji wynoszącego 5—45 sekund w temperaturze 175°C następuje dostateczne płynięcie żywicy, nawet pod niskim ciśnieniem rzędu 4—8 kg/cm², co zapewnia dobre sklejenie warstw tkaniny. Całkowite utwardzenie się żywicy umożliwia wyjmowanie uformowanych laminatów z gorącej prasy bez obawy ich rozwarstwienia. Dalsza obróbka — proces dotwardzania — jest zbędna, ponieważ wła-

sności dielektryczne i mechaniczne laminatów są bardzo dobre.

Kompozycja według wynalazku składa się: z roztworu żywicy metylofenylosiloksanowej w toluenie lub innym rozpuszczalniku organicznym; stosunek R/Si żywicy wynosi 1,0—1,3 a żywica zawiera 1,0—6,0% wagowych grup silanowych, oraz z 0,005—0,1% katalizatora soli kwasu organicznego i wodorotlenku amoniowego, ewentualnie zawierającego do 30% wolnego wodorotlenku amoniowego.

Przykład I. Kompozycją siloksanową składającą się z 60%-owego roztworu żywicy metylofenylosiloksanowej w toluenie o stosunku R/Si = 1,05 w tym $\text{CH}_3/\text{Si} = 0,60$ i $\text{C}_6\text{H}_5/\text{Si} = 0,45$ i zawierającej 1,74% wagowych grup silanowych i 0,05% katalizatora 2-etylokapronianu choline zawierającego 25% choline, nasycza się tkaninę szklaną. Czas żelowania kompozycji w temperaturze 175°C wynosił 15 sekund. Tkaninę szklaną nasyczoną kompozycją suszono przez 10 minut w temperaturze 80°C w celu odparowania toluenu. Uprasowano 16-warstwowy laminat w temperaturze 175°C i w czasie 15 minut stosując ciśnienie 6 kg/cm². Otrzymamy laminat po wyjęciu z gorącej prasy nie wykazywał tendencji do rozwarstwiania się; wytrzymałość na zginanie laminatu wynosiła 1500 kg/cm².

Przykład II. Do 50%-owego toluenowego roztworu żywicy metylofenylosiloksanowej o stosunku R/Si = 1,25 w tym $\text{CH}_3/\text{Si} = 0,70$ i $\text{C}_6\text{H}_5/\text{Si} = 0,55$ zawierającej 3,05% wagowych grup silanowych dodano 0,08% octanu choline. Czas żelowania otrzymanej kompozycji w temperaturze 175°C wynosił 35 sekund. Kompozycją tą nasycano tkaninę szkla-

ną, suszono 15 minut w temperaturze 100°C. Otrzymany laminat po wyjęciu z gorącej prasy posiadał dobre własności dielektryczne i mechaniczne bez dodatkowego wygrzewania.

Przykład III. Do 55%-owego toluenowego roztworu żywicy metylofenylosiloksanowej o stosunku R/Si = 1,15, w tym $\text{CH}_3/\text{Si} = 0,40$ i $\text{C}_6\text{H}_5/\text{Si} = 0,75$ zawierającej 5,2% wagowych grup silanowych dodano 0,01% kaprylanu choline. Utworzoną kompozycję, której czas żelowania w temperaturze 175°C wynosił 10 sekund, nasycano tkaninę szklaną, suszono 5 minut w temperaturze 85°C. Uprasowano 32-warstwowy laminat w temperaturze 175°C i w czasie 30 minut stosując ciśnienie 15 kg/cm². Laminat po wyjęciu z gorącej prasy charakteryzował się dobrymi własnościami mechanicznymi i dielektrycznymi (wytrzymałość na zginanie — 1700 kg/cm², współczynnik stratności dielektrycznej tg δ — 0,005) i nie wymagał dodatkowego dotwarzania.

Zastrzeżenie patentowe

Szybkoutwardzalna dwuskładnikowa kompozycja siloksanowa do wyrobu laminatów szklanosilikonowych zawierająca roztwór żywicy metylofenylosiloksanowej o stosunku R/Si = 1,0—1,3 oraz katalizator soli kwasu organicznego i wodorotlenku amoniowego ewentualnie zawierająca wodorotlenek amoniowy **znamienna tym**, że składa się z żywicy metylofenylosiloksanowej o zawartości grup silanowych od 1,0 do 6,0% wagowych i 0,005—0,1 katalizatora.