



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 23.05.77 (P. 198360)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.12.78

Opis patentowy opublikowano: 15.07.1981

Int. Cl.² C08L 83/04

Twórcy wynalazku: Jerzy Woźniak, Sławomir Andrzej Tłokowski

Uprawniony z patentu: Wojskowa Akademia Techniczna im. Jarosława
Dąbrowskiego, Warszawa (Polska)

**Sposób wytwarzania piankowego tworzywa z żywic sztucznych
do uszczelniania urządzeń radiotechnicznych i elektronicznych,
narażonych na gwałtowne uduary i zawirowania**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania piankowego tworzywa z żywic sztucznych do uszczelniania urządzeń radiotechnicznych i elektronicznych, narażonych na gwałtowne uduary i zawirowania.

Znane jest uszczelnianie elementów elektronicznych przez zalewanie ich najpierw warstwą piankowego tworzywa silikonowego, a następnie przez naniesienie na tak otrzymane podłoże, zewnętrznej warstwy litej, wykonanej z metalu lub tworzywa sztucznych.

Znane jest również wytwarzanie zalew ochronnych twardych jak i elastycznych dla urządzeń elektronicznych z żywic silikonowych z utwardzaczem. Zalewy twarde wykazują szereg takich zalet jak niską lepkość 100—2000 cP, wysoką trwałość, możliwość wprowadzania do nich dużej ilości wypełniaczy, a z drugiej strony takie wady jak małą odporność na zmiany temperatury, duże naprężenia wewnętrzne, małą uduarność, skłonność do pękania oraz długi czas i wysoką temperaturę utwardzania.

Zalewy elastyczne, jakkolwiek charakteryzują się wysoką odpornością termiczną /od -65°C do 250°C/ i brakiem naprężeń wewnętrznych są jednak zbyt sprężyste i przy gwałtownych uduarach rzędu 20 000 g odkształcają się w takim stopniu, że powoduje to uszkodzenie lub nawet całkowite zniszczenie chronionych przez te zalewy detali elektronicznych. Wyżej opisane zalewy wykazują

2

poza tym stosunkowo niską przyczepność do podłoża, oraz słabe własności mechaniczne.

Oprócz wyżej wymienionych znanych żywic silikonowych znane są również kompozycje epoksydowo-silikonowe, które znalazły zastosowanie do wyrobu termoodpornych laminatów, tłoczyw i lakierów, głównie do celów elektroizolacyjnych. W kompozycjach tych żywice silikonowe modyfikuje się chemicznie związkami epoksydowymi, w efekcie czego uzyskuje się produkt zarówno o dobrej wytrzymałości mechanicznej jak też o odporności termicznej większej od odporności termicznej żywicy epoksydowej.

Wiadomo również, że doskonale własności elektroizacyjne wykazują żywice epoksydowe a w tym również sztywne pianki epoksydowe.

Okazało się, że żaden z wyżej wymienionych materiałów nie nadaje się jednak do zastosowania jako materiał do uszczelniania urządzeń radiotechnicznych i elektronicznych narażonych na gwałtowne uduary i zawirowania, takich jak np. urządzenia lotnicze i aparatura stosowana w kosmonautyce, gdyż przy gwałtownych uduarach i zawirowaniach w przypadku stosowania miękkich kompozycji silikonowych następuje przesuwanie się poszczególnych chronionych elementów, co prowadzi do uszkodzenia mechanicznego aparatury. W przypadku stosowania sztucznych kompozycji silikonowych, następuje pęknięcie ich, a tym samym odsłonięcie chronionych elementów elektro-

nicznych, co doprowadza w efekcie do ich zniszczenia.

Stwierdzono, że wad powyższych nie wykazuje materiał piankowy otrzymany z oleju silikonowego z dodatkiem krzemionki koloidalnej oraz z żywicy epoksydowej i to w takich warunkach, w których nie zachodzi reakcja między wymienionymi substratami.

Sposobem według wynalazku do oleju silikonowego, w którym zdyspergowano koloidalną krzemionkę, wprowadza się niskocząsteczkową żywicę epoksydową, po czym wśród mieszania do układu dodaje się najpierw znany utwardzacz oleju silikonowego, następnie znany, porofor, a dopiero na końcu znany utwardzacz żywicy epoksydowej.

Olej silikonowy stosowany w sposobie według wynalazku winien wykazywać w temperaturze 25°C gęstość 1,05 g/cm³ i lepkość 1200—1400 cP, zaś żywica epoksydowa winna charakteryzować się liczbą epoksydową 0,48—0,52, lepkością 30.000—80.000 cP w temperaturze 20°C i średnim ciężarem cząsteczkowym około 380.

Jako utwardzacz oleju silikonowego stosuje się przy tym oktenian cyny, a jako utwardzacz żywicy epoksydowej trójetylenocztteroaminę. Najodpowiedniejszym poroforem w sposobie według wynalazku okazał się γ -aminopropylotrójeto-

Przestrzeganie wyżej wskazanej kolejności dodawania do układu utwardzaczy i proforu decyduje przy tym o końcowych właściwościach uzyskiwanego produktu. Tak więc do mieszaniny krzemionki zdyspergowanej w oleju silikonowym i żywicy epoksydowej nie można wprowadzać najpierw trójetylenocztteroaminy, gdyż ze względu na egzotermiczny przebieg reakcji i trudności w odprowadzeniu ciepła z układu następuje nierównomierne utwardzenie masy. W wyniku nierównomiernego utwardzenia, uzyskany produkt jest niejednorodny i wykazuje naprężenia wewnętrzne i niskie właściwości mechaniczne.

Wprowadzenie do układu oleju silikonowego /ze zdyspergowaną w nim krzemionką koloidalną/ i żywicy epoksydowej najpierw oktenianu cyny jako utwardzacza oleju silikonowego, nie powoduje wyżej opisanych zakłóceń, ze względu na słabo egzotermiczny przebieg tego procesu.

Utwardzanie kompozycji otrzymywanej sposobem według wynalazku przebiega już w temperaturze 18—25°C, co stanowi poważną zaletę tego sposobu, ponieważ niska temperatura nie powoduje uszkodzeń chronionych elementów.

Wprowadzenie do układu krzemionki koloidalnej wpływa bardzo istotnie na właściwości przetwórcze otrzymywanego tworzywa, gdyż krzemionka ta powoduje jego tiksotropowość.

Oprócz wyżej opisanych warunków technologicznych bardzo ważny jest również dobór ilościowy poszczególnych składników w układzie. Tak więc do 100 części wagowych kompozycji zdyspergowanej krzemionki w oleju silikonowym o zawartości 58—62% wagowych SiO₂ dodaje się 25—75 części wagowych ciekłej żywicy epoksydowej, 0,5—1 części wagowej oktenianu cyny, 3—6 części wagowych γ -aminopropylotrójeto-

2—5 — 7,5 części wagowych trójetylenocztteroaminy.

Piankowe tworzywo otrzymane sposobem według wynalazku charakteryzuje się dużą sztywnością, dobrą przyczepnością do metalu i wytrzymuje gwałtowne udary rzędu 20.000 g i zawirowania powyżej 330 obrotów na sekundę. Niezależnie od powyższego wykazuje ono własności dielektryczne oraz odporność termiczną w zakresie temperatur od -60° do +180°C.

W związku z powyższymi właściwościami tworzywo to nadaje się do zastosowania w urządzeniach lotniczych i aparaturze kosmicznej. Poniższe przykłady wyjaśniają bliżej sposób według wynalazku.

Przykład I. 100 g zdyspergowanej krzemionki w oleju silikonowym o zawartości 60% wagowych SiO₂ miesza się z 25 g ciekłej żywicy epoksydowej i 0,6 g oktenianu cyny. Po dokładnym zmieszaniu dodaje się 6 g γ -aminopropylotrójeto-

ksysilanu w postaci bezbarwnej cieczy o gęstości 1,038 g/cm³ /25°C/ i lepkości 1,6 cSt /25°C/ i znów dokładnie miesza. Następnie dodaje się 2,5 g trójetylenocztteroaminy i całość miesza.

Zespół elektroniczny umieszcza się w zamkniętej obudowie, w której ma być zabezpieczony i przez otwór u góry obudowy wlewa się powoli mieszaninę o powyżej podanym składzie. Po pewnym czasie następuje spienienie i utwardzenie się mieszaniny. Zespół elektroniczny po około 60 minutach od momentu zalania jest gotowy do eksploatacji.

Otrzymana pianka posiada następujące własności:

35	zawirowanie powyżej 380 obr/s	
	udar	20.000 g
	rezystywność skośna	$1 \cdot 10^{14} \Omega$ cm
	rezystywność powierzchniowa	$1 \cdot 10^{14} \Omega$
	tg δ przy 1 MHz	0,009

40 przenikalność dielektryczna ϵ przy 1 MHz 3

Przykład II. Zespół elektroniczny, który ma być hermetyzowany umieszcza się w zamkniętej obudowie, która posiada jeden otwór nad dnem w ścianie bocznej a drugi otwór w górze obudowy.

Następnie miesza się 100 g kompozycji zdyspergowanej krzemionki w oleju silikonowym o zawartości 60% SiO₂, 50 g ciekłej żywicy epoksydowej i 0,6 g oktenianu cyny. Po wymieszaniu dodaje się 4 g γ -aminopropylotrójeto-

ksysilanu a następnie 5 g trójetylenocztteroaminy i całość dokładnie miesza. Tak przygotowaną mieszaninę wlewa się do urządzenia tłoczącego, za pomocą którego wtłacza się ją pod ciśnieniem do dolnego otworu w obudowie. Po spienieniu pianka powinna ukazać się w górnym otworze obudowy.

Otrzymana pianka posiada następujące własności:

40	zawirowanie powyżej 380 obr/s	
	udar	20.000 g
	rezystywność skośna	$1 \cdot 10^{13} \Omega$ cm
	rezystywność powierzchniowa	$1 \cdot 10^{13} \Omega$
	tg δ przy 1 MHz	0,007
	przenikalność dielektryczna ϵ przy 1 MHz	4

Przykład III. Zespół elektroniczny umieszcza

się w otwartej formie i zalewa roztworem otrzymanym przez mieszanie 100 g kompozycji zdyspergowanej krzemionki w oleju silikonowym o zawartości 60% SiO_2 , 75 g ciekłej żywicy epoksydowej, 0,6 g oktenianu cyny, 3 g γ -aminopropylotrójtetrakisilanu i 7,5 g trójetylenoczteroaminy. Po spienieniu i utwardzeniu się masy, zalany zespół elektroniczny wyjmuję się z formy, w której można wykonać zalanie następnego zespołu elektronicznego.

Otrzymana pianka wykazuje następujące właściwości:

zawieranie powyżej 380 obr/s

udar	20.000 g
rezystywność skośna	$1 \cdot 10^{18} \Omega \text{ cm}$
rezystywność powierzchniowa	$1 \cdot 10^{18} \Omega$
$\text{tg } \delta$ przy 1 MHz	0,005
przenikalność dielektryczna ϵ przy 1 MHz	6

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania piankowego tworzywa z żywic sztucznych do uszczelniania urządzeń radio-technicznych i elektronicznych narażonych na gwałtowne udary i zawirowania, opartego na piankowym tworzywie silikonowym, **znamienny tym**, że 100 części wagowych kompozycji zdyspergowanej krzemionki koloidalnej w oleju silikonowym, o zawartości 58—62% wagowych SiO_2 , miesza się 25—75 częściami wagowymi ciekłej żywicy epoksydowej, po czym ciągle mieszając do układu wprowadza się najpierw 0,5—1 części wagowej oktenianu cyny jako utwardzacza oleju silikonowego, następnie 3—6 części wagowych poroforu w postaci γ -aminopropylotrójtetrakisilanu, a na końcu 2,5—7,5 części wagowych utwardzacza żywicy epoksydowej w postaci trójetylenoczteroaminy i miesza do uzyskania homogennej mieszaniny.