



(10) 授权公告号 CN 110402265 B

(45) 授权公告日 2022.05.03

(21) 申请号 201780088314.3

(22) 申请日 2017.12.08

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 110402265 A

(43) 申请公布日 2019.11.01

(30) 优先权数据  
17161430.8 2017.03.16 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日  
2019.09.11

(86) PCT国际申请的申请数据  
PCT/IB2017/057751 2017.12.08

(87) PCT国际申请的公布数据  
W02018/167551 EN 2018.09.20

(73) 专利权人 3M创新有限公司  
地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 马蒂斯·A·穆特  
迈克尔·佩特里  
亚德里恩·T·容

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 顾晋伟 冷永华

(51) Int.Cl.  
C08G 59/00 (2006.01)  
C08G 59/50 (2006.01)  
C08G 59/54 (2006.01)  
C08G 59/62 (2006.01)  
H02G 15/08 (2006.01)

(56) 对比文件  
WO 2005030853 A1, 2005.04.07  
CN 106459379 A, 2017.02.22  
CN 102958973 A, 2013.03.06  
CN 1249764 A, 2000.04.05  
CN 102206398 A, 2011.10.05  
GB 975702 A, 1964.11.18  
US 3030329 A, 1962.04.17

审查员 余晓兰

权利要求书2页 说明书14页

(54) 发明名称

环氧浇注树脂制剂

(57) 摘要

本公开提供了一种可固化浇注树脂前体,所述可固化浇注树脂前体包含(a)第一部分(A),所述第一部分包含:(a1)至少一种环氧树脂;(b)第二部分(B),所述第二部分包含:(b1)至少一种第一胺基环氧固化剂;(b2)任选地,至少一种第二胺基环氧固化剂;(b3)至少一种矿物填料;(b4)至少一种酚脂;其中部分(A)和/或部分(B)包含至少一种三苯基甲烷染料。所述可固化浇注树脂前体适于封装金属部件诸如线缆接头等。

1. 一种可固化浇注树脂前体,所述可固化浇注树脂前体包含
  - (a) 第一部分 (A),所述第一部分包含:
    - (a1) 至少一种环氧树脂;
    - (b) 第二部分 (B),所述第二部分包含:
      - (b1) 至少一种选自酚烷基胺的第一胺基环氧固化剂;
      - (b2) 任选的至少一种第二胺基环氧固化剂;
      - (b3) 至少一种矿物填料;
      - (b4) 至少一种酚脂;其中部分 (A) 和/或部分 (B) 包含至少一种三苯基甲烷染料。
2. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种环氧树脂基于双酚A环氧树脂、双酚F环氧树脂,以及它们的混合物。
3. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种酚脂选自烷基儿茶酚、烷基酚、烷基间苯二酚和漆树酸。
4. 根据权利要求3所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种酚脂为选自丙基酚、丁基酚、戊基酚、辛基酚、壬基酚、十二烷基酚和腰果酚基化合物的烷基酚。
5. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种第二胺基环氧固化剂包括至少一种聚醚酰氨基胺。
6. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种矿物填料选自包括下列物质的填料材料的组:无机氧化物、无机氢氧化物、无机羟基氧化物和金属氮化物。
7. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种矿物填料选自氢氧化铝、二氧化硅、氧化铝、碳酸钙、氮化硅、氮化硼、氮化铝、碳化硅和玻璃泡。
8. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,其中所述至少一种三苯基甲烷染料选自4-[[4-(二乙基-氨基)苯基]-(4-二乙基铵亚基环己-2,5-二烯-1-亚基)甲基]-6-羟基苯-1,3-二磺酸及其钙盐、钾盐或钠盐,或者溴麝香草酚蓝(4,4'-(1,1-二氧化-3H-2,1-苯并氧硫杂环戊烷-3,3-二基)双(2-溴-6-异丙基-3-甲酚))。
9. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,所述可固化浇注树脂前体包含
  - (a) 第一部分 (A),所述第一部分包含:
    - (a1) 至少一种环氧树脂,所述至少一种环氧树脂的量基于所述部分 (A) 的总重量计为60重量%至100重量%;
    - (a2) 任选的至少一种酚脂,所述至少一种酚脂的量基于所述部分 (A) 的总重量计为5重量%至30重量%;
    - (a3) 任选的至少一种反应性稀释剂,所述至少一种反应性稀释剂的量基于所述部分 (A) 的总重量计为1重量%至20重量%;
    - (a4) 任选的至少一种三苯基甲烷染料,所述至少一种三苯基甲烷染料的量基于所述部分 (A) 的总重量计为0.01重量%至2重量%;
  - (b) 第二部分 (B),所述第二部分包含:
    - (b1) 至少一种第一胺基环氧固化剂树脂,所述至少一种第一胺基环氧固化剂树脂的量基于所述部分 (B) 的总重量计为10重量%至45重量%;
    - (b2) 任选的至少一种第二胺基环氧固化剂,所述至少一种第二胺基环氧固化剂的量基

于所述部分 (B) 的总重量计为0.5重量%至20重量%；

(b3) 任选的至少一种三苯基甲烷染料,所述至少一种三苯基甲烷染料的量基于所述部分 (B) 的总重量计为0.01重量%至2重量%；

(b4) 至少一种矿物填料,所述至少一种矿物填料的量基于所述部分 (B) 的总重量计为40重量%至80重量%；

(b5) 至少一种酚脂,所述至少一种酚脂的量基于所述部分 (B) 的总重量计为1重量%至30重量%；

其中部分 (A) 和/或部分 (B) 包含至少一种三苯基甲烷染料。

10. 根据权利要求1所述的可固化浇注树脂前体,所述可固化浇注树脂前体在将部分 (A) 和部分 (B) 混合之后表现出第一颜色变化。

11. 根据权利要求10所述的可固化浇注树脂前体,所述可固化浇注树脂前体在固化时表现出第二颜色变化。

12. 一种可固化浇注树脂组合物,所述可固化浇注树脂组合物通过将根据权利要求1至11中任一项所述的可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 组合而获得。

13. 一种封装金属部件的方法,所述方法包括以下步骤:

(a) 提供根据权利要求1至11中任一项所述的可固化浇注树脂前体,

(b) 将所述可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 组合以便形成可固化浇注树脂组合物;

(c) 提供至少一个金属部件;

(d) 任选地,围绕所述至少一个金属部件的至少一部分提供铸件;

(e) 将所述可固化浇注树脂组合物施加至所述至少一个金属部件的至少一部分;以及

(f) 允许所述可固化浇注树脂组合物固化。

14. 一种用于使线缆接头绝缘的套件,所述套件包括:

(i) 第一容器和第二容器,所述第一容器盛有根据权利要求1至11中任一项所述的可固化浇注树脂前体的部分 (A),所述第二容器盛有根据权利要求1至11中任一项所述的可固化浇注树脂前体的部分 (B);

(ii) 浇注室/模具,所述浇注室/模具的尺寸被设定成为线缆接头提供空间并用于将所述可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 混合,使得所述线缆接头可被通过将所述可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 混合而获得的可固化浇注树脂组合物覆盖。

15. 根据权利要求1至11中任一项所述的可固化浇注树脂前体用于封装金属部件的用途。

16. 根据权利要求15所述的用途,其中所述金属部件为线缆接头。

## 环氧浇注树脂制剂

### 技术领域

[0001] 本公开涉及可固化的双组分环氧树脂前体,更具体地涉及环氧浇注树脂前体和由其获得的环氧浇注树脂组合物的领域。在另一方面,本公开涉及一种用于封装金属部件,具体地通过使用如本文所述的双组分树脂组合物使线缆接头绝缘的方法。在又一方面,本公开涉及此类双组分环氧树脂前体和由其获得的环氧浇注树脂组合物的用途。

### 背景技术

[0002] 诸如将线缆部件连接在一起形成线缆接头的封装金属部件是一种在用于房屋和道路的建筑工程、电气装置的安装中以及在载运工具诸如飞机、卡车、船只等的制造中安装电力电缆的众所周知的部件。

[0003] 通常,至少部分地移除塑料绝缘部件或线缆的相应终端的层,通过将线缆扭绕在一起、将线缆导体端焊接在一起或使用金属连接器来接合线缆的金属部件。然后施加新型电绝缘材料以提供机械保护和柔韧性以及使其免于受到灰尘,尤其是湿气的污染。此外,许多情况要求线缆和对应线缆接头具有一定的柔韧性,这意味着新形成的线缆接头也需要在一定程度上为柔性的。

[0004] 虽然使用自粘胶带提供了合适的绝缘特性,但在一些情况下,对于若干应用,尤其是对于低电压和/或高电流负载与高严苛环境结合的大线缆(即厚线缆),通常需要额外的保护。因此,本领域中常见的是使用浇注树脂,该浇注树脂被倾注到围绕线缆接头的铸件或模具中并固化以提供期望的电绝缘和免于受到外部影响的机械保护。

[0005] 就这一点而言,聚氨酯浇注树脂是熟知的一类用于诸如低压线缆接头的应用的两部分和室温固化材料。一般来讲,这些树脂表现出低粘度,因此它们易于混合和倾倒。组分的反应通常是快速的,具有合适的适用期(例如,在室温下介于15分钟和45分钟之间),并且仅产生少量放热。此外,固化树脂表现出用于上述应用的所需韧性和柔韧性。

[0006] 然而,虽然聚氨酯浇注树脂表现出有利于在线缆接头中应用的特性,但其存在固有缺陷,因为树脂对水敏感。通常为异氰酸酯基化合物的硬化剂易于与水反应以形成二氧化碳气体,这可导致树脂的发泡。在这些应用中不能容许发泡,因为这将导致电绝缘不充分。为了解决这一缺陷,改进了用于电绝缘的现有技术聚氨酯体系,以增加体系的疏水性,这实现了在存在水的情况下固化。但即使被认为是疏水的,在某些情况下例如当使用树脂压力注入方法时,发泡仍可带来问题。

[0007] 此外,对于一些消费者和应用,异氰酸酯的使用可产生健康和安全问题,因为大部分异氰酸酯被认为是致癌物质。

[0008] 除此之外,对于浇注树脂所期望的其他特性由建筑工程中的线缆接头和接片的典型安装带来。就双组分浇注树脂组合物而言,将两部分混组合且将所得组合物倾注或转移到盛有线缆接头的模具中。例如,对地下线缆的修复/拼接可涉及以下步骤:1)工人将坑挖至线缆的破损部分。2)电工在线缆上执行实际工作,并且在将树脂组合物的两各单独部分混合之后(直到此时),将该组合物倾倒至(在大多数情况下为透明的)模具主体中。为了保

证其重要功能(电绝缘和机械保护),在树脂完全固化之前,不应移动线缆和接片。然而,施工场地的温度变化可使得难以预测实际固化时间。3)在树脂完全固化后,地下工人可填平坑,从而完成完整的修复过程。

[0009] 该封装程序的潜在风险是树脂混合物的两部分的不充分混合和/或在树脂完全固化之前线缆和接片的移动。这两种情况都可能导致接头失效,造成对应电气系统故障以及最终昂贵且耗时维修的后果。

[0010] 因此,在不争议与本领域已知的浇注树脂组合物相关联的技术优势的情况下,仍然强烈需要适用于线缆接头的电绝缘和机械保护的固化浇注树脂组合物。

[0011] 根据以下描述,本公开的浇注树脂和方法的其他优点将是显而易见的。

## 发明内容

[0012] 本公开提供了一种可固化浇注树脂前体,该可固化浇注树脂前体包含:

[0013] (a) 第一部分(A),该第一部分包含:

[0014] (a1) 至少一种环氧树脂;

[0015] (b) 第二部分(B),该第二部分包含:

[0016] (b1) 至少一种第一胺基环氧固化剂;

[0017] (b2) 任选地,至少一种第二胺基环氧固化剂;

[0018] (b3) 至少一种矿物填料;

[0019] (b4) 至少一种酚脂;

[0020] 其中部分(A)和/或部分(B)包含至少一种三苯基甲烷染料。

[0021] 另外,本公开提供了一种可固化浇注树脂,通过将如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(A)和部分(B)组合而获得。

[0022] 本公开还提供了一种使线缆接头绝缘的方法,该方法包括以下步骤:

[0023] (a) 提供如本文所述的可固化浇注树脂前体,

[0024] (b) 将可固化浇注树脂前体的部分(A)和(B)组合以便形成可固化浇注树脂组合物;

[0025] (c) 提供至少一个金属部件诸如线缆接头,该线缆接头包括至少两根不同线缆的金属部件的接头;

[0026] (d) 任选地,围绕至少一个金属部件诸如线缆接头的至少一部分提供铸件;

[0027] (e) 将可固化浇注树脂组合物施加至所述至少一个金属部件诸如线缆接头的至少一部分;以及

[0028] (f) 允许可固化浇注树脂组合物固化。

[0029] 此外,本发明提供了一种用于使线缆接头绝缘的套件,该套件包括:

[0030] (i) 第一容器和第二容器,该第一容器盛有如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(A),该第二容器盛有如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(B);

[0031] (ii) 浇注室/模具,其尺寸被设定成为线缆接头提供空间并用于将可固化浇注树脂前体的部分(A)和(B)混合,使得线缆接头可被通过将可固化浇注树脂前体的部分(A)和(B)混合而获得的可固化浇注树脂组合物覆盖。

[0032] 最后,本公开涉及如本文所述的可固化浇注树脂前体和可固化浇注树脂组合物用

于工业应用,尤其是用于使线缆接头绝缘的用途。

### 具体实施方式

[0033] 在详细解释本公开内容的任何实施方案前,应当理解,本公开内容的应用并不限于下面描述中给出的构造与部件布置方式的细节。本发明能够具有其他的实施方案,并且能够以多种方式进行实践或实施。如本文所用,术语“一个”、“一种”和“所述”可互换使用并且意指一个或多个;并且“和/或”用于指示一种或两种所描述的情况可能发生,例如A和/或B包括(A和B)和(A或B)。而且,在本文中,由端点表述的范围包括该范围内包含的所有数字(例如,1至10包括1.4、1.9、2.33、5.75、9.98等)。而且,在本文,表述“至少一个”包括一个及大于一的所有数字(例如,至少2、至少4、至少6、至少8、至少10、至少25、至少50、至少100等)。而且,应当理解,本文使用的措辞和术语是用于说明目的而不应视为限制性的。与意在具有限制性的“由……组成”的使用相反,使用“包括”、“含有”、“包含”或“具有”以及它们的变化形式意在具有非限制性,并且涵盖之后所列的项目以及附加的项目。

[0034] 除非另外指明,否则组合物的成分的量可以以重量%(或“%wt.”或“wt.-%”)指示。除非另外指明,否则所有成分的量得到100重量%。如果用摩尔%标识成分的量,除非另外指明,否则所有成分的量给出100摩尔%。

[0035] 在本公开的上下文中,术语“室温”和“环境温度”可互换使用,并且是指约101kPa的环境压力条件下23℃(±2℃)的温度。

[0036] 除非另外明确指出,否则本公开的所有实施方案和任选的特征可以自由地组合。

[0037] 本公开的第一方面为一种可固化浇注树脂前体,该可固化浇注树脂前体包含

[0038] (a) 第一部分(A),该第一部分包含:

[0039] (a1) 至少一种环氧树脂;

[0040] (b) 第二部分(B),该第二部分包含:

[0041] (b1) 至少一种第一胺基环氧固化剂;

[0042] (b2) 任选地,至少一种第二胺基环氧固化剂;

[0043] (b3) 至少一种矿物填料;

[0044] (b4) 至少一种酚脂;

[0045] 其中部分(A)和/或部分(B)包含至少一种三苯基甲烷染料。

[0046] 可固化前体如根据本公开的可固化前体也被称为双组分组合物或2k组合物。应当理解,可固化浇注树脂前体的第一部分(A)与第二部分(B)以物理方式隔开。根据使用者的需求,第一部分(A)和第二部分(B)在预期使用之前混合以便获得可固化浇注树脂组合物。本公开还涵盖一种获自可固化浇注树脂前体的可固化浇注树脂组合物以及一种通过将可固化浇注树脂组合物固化获得的已固化线缆接头。这些2k组合物的使用提供了若干优点,诸如较长的储存寿命;可能根据使用者的需求形成可固化组合物;以及可易于固化的组合物,该组合物自身为使用者提供进一步处理的优点,具体地在现场使线缆接头绝缘的技术领域。

[0047] 根据本公开的可固化树脂前体可表现出所需特性的至少一种或甚至其组合,诸如良好的处理特性(例如,在两部分混合之后的合适粘度和适用期、固化反应期间的低放热)、已固化浇注树脂的良好机械特性和电(例如绝缘)特性。固化反应期间的低放热是有利的,

因为可以避免对线缆的绝缘材料的热损坏以及对处理组合物的工人的危险。

[0048] 具体地已发现,这是由于包含至少一种环氧树脂的第一部分(A)以及包含至少一种第一胺基环氧固化剂、至少一种第二胺基环氧固化剂、至少一种矿物填料和至少一种酚脂的第二部分(B)的具体且独特组合。此外,部分(A)和/或部分(B)中三苯基甲烷染料的存在允许视觉指示部分(A)和部件(B)的正确混合以及/或者浇注树脂固化的监测。当使用如本文所述的可固化浇注树脂前体用于使线缆接头和接片绝缘时,这是特别有利的。

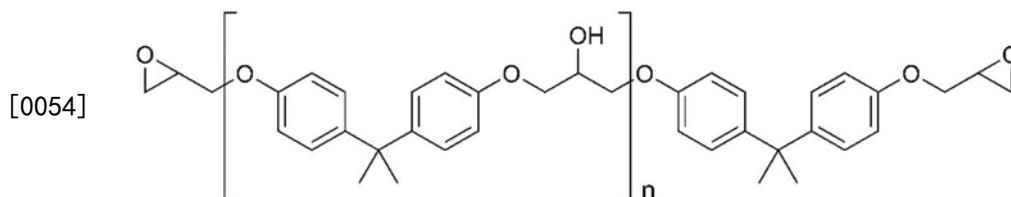
[0049] 可固化浇注树脂前体的部分(A)包含至少一种环氧树脂。按照本具体实施方式,本领域的技术人员将容易识别用于本文的合适环氧化合物。

[0050] 用于本文的环氧树脂没有特别的限制。环氧树脂是具有一个或多个环氧官能团的聚合物。通常,但非排他地,聚合物包含衍生自具有环氧官能团的单体的重复单元,但环氧树脂还可包括,例如,包含环氧基团的有机硅基聚合物,或者涂覆有环氧基团或用其改性的有机聚合物颗粒,或者涂覆有含环氧基团的聚合物、分散在其中或用其改性的颗粒。环氧官能团允许树脂进行交联反应。环氧树脂可具有至少1、大于1或至少2的平均环氧官能度。

[0051] 可在本公开的上下文中使用本领域技术人员熟知的任何环氧树脂。环氧树脂可以是芳香族、脂族、脂环族或它们的混合物。在典型的方面,用于本文的环氧树脂是芳香族的。优选地,环氧树脂包含缩水甘油基或聚缩水甘油醚型的部分。这类部分可,例如,通过羟基官能团(例如但不限于二元或多元酚或包括多元醇的脂肪醇)与环氧氯丙烷官能团的反应来获得。如本文所提及的,二元酚是包含键合到酚的芳环的至少两个羟基(也称为“芳族”羟基)的酚或者在多酚的情况下至少两个羟基键合到芳环。这意味着羟基基团可以键合到多酚的同一个环或多酚的各个不同环。因此,术语“二元酚”不限于含有两个“芳族”羟基基团的酚或多酚,但还涵盖多元酚,即具有超过两个“芳族”羟基基团的化合物。

[0052] 可用的二元酚的示例包括间苯二酚、儿茶酚、氢醌和多酚,它们包括p,p'-二羟基联苯、p,p'-二羟基苯基砵、p,p'-二羟基二苯甲酮、2,2'-二羟基苯基砵、p,p'-二羟基二苯甲酮、2,2-二羟基-1,1-二萘基甲烷,以及以下化合物的2,2'、2,3'、2,4'、3,3'、3,4'及4,4'异构体:二羟基二苯基甲烷、二羟基二苯基二甲基甲烷、二羟基二苯基乙基甲基甲烷、二羟基二苯基甲基丙基甲烷、二羟基二苯基乙基苯基甲烷、二羟基二苯基丙烯基苯基甲烷、二羟基二苯基丁基苯基甲烷、二羟基二苯基甲苯基乙烷、二羟基二苯基甲苯基甲基甲烷、二羟基二苯基二环己基甲烷和二羟基二苯基环己烷。

[0053] 优选的环氧树脂包括含有二元或多元酚的缩水甘油醚或聚缩水甘油醚的环氧树脂或由二元或多元酚的缩水甘油醚或聚缩水甘油醚组成的环氧树脂,例如但不限于双酚A、双酚F以及它们的组合。它们包含一个或多个衍生自双酚A和/或F的重复单元。此类醚或此类重复单元例如可通过双酚A和/或F的缩水甘油醚与环氧氯丙烷的聚合获得。双酚A的二缩水甘油醚类型的环氧树脂可由下式表示,其中n表示重复单元(在n=0的情况下,下式表示双酚A的二缩水甘油醚):



[0055] 通常,环氧树脂是几种树脂的共混物。因此,上式中的n可表示共混物的平均值,并

且可以不是整数,但可包括例如但不限于0.1至2.5的值。

[0056] 也可使用上述芳族环氧树脂的完全或部分氢化的衍生物(即相应的脂环族化合物)代替上述芳族环氧树脂,或者除了可使用上述芳族环氧树脂之外,还可使用上述芳族环氧树脂的完全或部分氢化的衍生物(即相应的脂环族化合物)。代替使用芳族环氧树脂或者除了使用芳族环氧树脂之外,还可使用脂族的,例如无环的直链或支链环氧树脂。

[0057] 通常,环氧树脂为液体。环氧树脂可包括以溶解形式使用或例如分散在另一种液体树脂中的固体环氧树脂。优选地,环境树脂在环境条件下(23℃,1巴)为液体。环氧树脂可含有卤素,优选溴原子以使它们不易燃。

[0058] 合适的和可商购获得的环氧树脂的示例包括双酚A的二缩水甘油基醚(以商品名EPON 828、EPON 830、EPON 1001或EPIKOTE 828购自德国Rosbach的瀚森特种化学有限公司(Hexion Specialty Chemicals GmbH, Rosbach, Germany),或以商品名D.E.R. 331或D.E.R. 332购自陶氏化学公司(Dow Chemical Co.));双酚F的二缩水甘油基醚(例如,购自大日本油墨化学工业株式会社(Dainippon Ink and Chemicals, Inc.)的EPICLON 830或购自德国陶努斯山麓施瓦尔巴赫的陶氏化学公司(Dow Chemical Co, Schwalbach/Ts., Germany)的D.E.R. 354);双酚A和双酚F的共混物的二缩水甘油基醚(例如可得自美国哥伦布的迈图特种化学品公司(Momentive Speciality Chemicals, Columbus, USA)的EPIKOTE 232)。其他基于双酚的环氧树脂可以商品名EPILOX(德国洛伊纳的洛伊纳Epilox公司(Leuna Epilox GmbH, Leuna, Germany))商购获得;阻燃剂环氧树脂以商品名D.E.R. 580(可购自陶氏化学公司(Dow Chemical Co.)的溴化双酚型环氧树脂)购得。脂环族环氧树脂可以商品名EPINOX(瀚森特种化学有限公司(Hexion Specialty Chemicals GmbH))商购获得。

[0059] 可用于根据本公开的浇注树脂组合物中的环氧化合物优选地衍生自双酚A、双酚E、双酚F、双酚S、脂族和芳族胺(诸如亚甲基双苯胺和氨基酚)、和卤素取代的双酚树脂、线型酚醛树脂、脂族环氧树脂,以及它们和/或两者间的组合。更优选地,所述有机环氧树脂选自双酚A和双酚F的二缩水甘油基醚和环氧线型酚醛树脂。特别优选的是基于双酚A和双酚F树脂的环氧树脂以及它们的混合物。

[0060] 对于如在低压线缆接头中的应用,在如本文所述的可固化浇注树脂中使用环氧树脂提供优于聚氨酯浇注树脂的优点。例如,所得的浇注树脂通常具有低粘度,因此易于混合和倾倒。另外,与聚氨酯基浇注树脂前体混合物相比,本发明的环氧树脂基浇注树脂前体对水不敏感,这代表对于这些前体的使用者的优点。除此之外,也可避免使用异氰酸酯,这是关于浇注树脂应用的又一个优点。

[0061] 适用于本文的示例性环氧化合物可以商品名Epikote™828商购获自迈图公司(Momentive);以商品名DER 331、DER 332、DER 334和DER 351购自陶氏化学公司(Dow Chemical Co.);以商品名Epon®828购自锐意卓越公司(Resolution Performance Products);以商品名Epon®825/826/830/834/863/824购自欣科宝利公司(Polysciences, Inc.);以商品名Bakelite®EPR 164购自瀚森公司(Hexion);以商品名Araldite®GY 250/260购自汉特斯曼公司(Huntsman);或以商品名EPILOX®A 1900购自Leuna Harze公司。

[0062] 优选地,如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(A)包含所述至少一种环氧树



脂,所述至少一种环氧树脂的量基于部分(A)的总重量计为60重量%至100重量%,优选地65重量%至100重量%,更优选地70重量%至100重量%。

[0063] 根据本公开的可固化浇注树脂前体的部分(B)包含胺基环氧固化剂。

[0064] 适用于本公开的环氧固化剂是能够交联(固化)环氧树脂的化合物。根据本发明的合适固化剂为基于胺的,即它们可以是伯胺或仲胺。部分(B)中存在的环氧固化剂体系包含至少一种第一环氧固化剂以及优选地与第一环氧固化剂不同(即在化学上不同)的至少一种第二环氧固化剂。

[0065] 所述至少一种第一环氧固化剂包含至少一个伯胺官能团和/或至少一个仲胺官能团。优选地,所述至少一种第一环氧固化剂为腰果酚基化合物,优选地为酚烷基胺。酚烷基胺可得自腰果酚、甲醛、至少一种胺的曼尼希反应。使用酚烷基胺作为所述至少一种第一胺基环氧固化剂可产生对于可固化浇注树脂前体的应用所期望的至少一种效果,诸如可固化浇注树脂的低温固化能力和良好的适用期,以及已固化浇注树脂的良好耐化学性和防潮性、表面耐受性和耐盐水性。可用作根据本公开的至少一种第一胺基环氧固化剂的酚烷基胺可例如以商品名NX 5607得自卡德莱公司(Cardolite Corporation)。

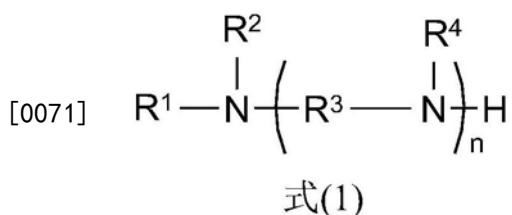
[0066] 如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(B)包含所述至少一种第一胺基环氧固化剂树脂,所述至少一种第一胺基环氧固化剂树脂的量基于部分(B)的总重量计为10重量%至45重量%,优选地12.5重量%至40重量%,更优选地15重量%至35重量%。

[0067] 优选的是,根据本公开的可固化浇注树脂前体的部分(B)还包含至少一种第二胺基环氧固化剂。这可具有改善可固化浇注树脂的固化行为和/或改善由其获得的已固化浇注树脂的机械性能的效果。

[0068] 用于本文的所述至少一种第二环氧固化剂可包含至少一种聚醚胺并且具有至少55克每摩尔胺当量的胺当量重量(AEW)。在上下文中,用于本文的所述至少一种第二环氧固化剂可以是任何脂族、脂环族、直链、支链或芳族聚醚胺,前提条件是它满足上述(AEW)要求。

[0069] 不希望受理论束缚,据信包含至少一种聚醚胺并且具有至少55克每摩尔胺当量的胺当量重量的所述至少一种第二环氧固化剂在与环氧树脂固化后提供优异的耐化学性。

[0070] 在具体方面,用于本文的所述至少一种第二环氧固化剂可包括以下通用结构:



[0072] 其中

[0073] 残基 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 和 $\text{R}^4$ 彼此独立地可表示氢或含有约1至15个碳原子的烃(诸如烷基)或烷氧基或聚氧烷基残基;

[0074]  $\text{R}^3$ 表示优选地含有约1至15个碳原子的聚醚烷基残基;

[0075]  $n$ 表示1至10的任何我整数;

[0076] 在优选的方面,残基 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 和 $\text{R}^4$ 被选择成使得胺含有至少一个或两个伯胺基团。

[0077] 在具体方面,所述至少一种第二环氧固化剂是具有一个或两个或更多个伯胺部分

的聚醚胺。聚醚胺可具有1至12个,或甚至1至6个链中醚(氧)原子。

[0078] 在优选的方面,所述至少一种第二环氧固化剂包含衍生自聚环氧丙烷或聚环氧乙烷的至少一种聚醚胺。适用于本文的示例性聚醚胺可以商品名JEFFAMINE商购自汉特斯曼化学品公司(Huntsman Chemicals)或以商品名TTD(4,7,10-三氧杂十三烷-1,13-二胺)商购自(例如)德国路德维希港的巴斯夫公司(BASF,Ludwigshafen Germany)。在另一优选的方面,衍生自聚环氧丙烷或聚环氧乙烷的所述至少一种聚醚胺与环氧树脂的加合物用作至少一种第二环氧固化剂。例如,可有利地使用TTD(过量)与可商购获得的环氧树脂如Epon 828的加合物,只要该加合物具有至少55克每摩尔胺当量的胺当量重量。TTD与所述环氧树脂的加合物可易于通过本领域技术人员熟知的程序制备,例如通过将TTD与环氧树脂混组合将该混合物在高温如约100℃下保持约一小时。

[0079] 在另一优选的实施方案中,所述至少一种第二环氧固化剂包含聚酰氨基胺。聚酰氨基胺可以是支链或非支链的芳族聚酰氨基胺,或者支链或非支链的脂族聚酰氨基胺。优选地,聚酰氨基胺为脂族聚酰氨基胺。

[0080] 因此,所述至少一种第二环氧固化剂可包含至少一种符合式一的化合物、TTD与环氧树脂的至少一种加合物和/或至少一种聚酰氨基胺,以及它们的任何组合。

[0081] 优选地,如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(B)包含所述至少一种第二胺基环氧固化剂,所述至少一种第二胺基环氧固化剂的量基于部分(B)的总重量计为0.5重量%至20重量%,优选地1重量%至15重量%,更优选地1.5重量%至10重量%。

[0082] 还优选的是,所述至少一种第一环氧固化剂与所述至少一种第二环氧固化剂的比率在100:1至1:3的范围内,优选地在50:1至1:2的范围内,更优选地在25:1至1:0.8的范围内。大于该范围的比率将导致更短的反应时间,然而代价是较高的放热峰和监测具有第一和第二颜色变化的固化的损失。类似地,小于1:3的比率将导致反应时间对于如本文所述的可固化浇注树脂的预想应用而言过长。

[0083] 如本文所述的可固化浇注树脂前体在部分(A)和/或部分(B)中包含至少一种三苯基甲烷染料。三苯基甲烷染料具有以下效果:它们在例如与胺,尤其是伯胺接触时表现出颜色变化。在本公开的上下文中,利用了这些颜色变化的能力,即在将部分(A)和部分(B)混合时可观察到第一颜色变化,并且在可固化浇注树脂组合物固化之后可观察到第二颜色变化。也就是说,使用如本文所述的可固化浇注树脂前体的工人可监测并确定是否已发生部分(A)和部分(B)的正确混合。随后,该工人也可能能够监测固化并确定是否已经发生可固化浇注树脂的固化。关于如本文所述的可固化浇注树脂及其前体用于线缆接头和接片的现场绝缘的应用,这代表了对于施加这些浇注树脂和前体的工人的具体优点。

[0084] 就这一点而言,如本文所用,术语“颜色变化”具有本领域中所用的常见含义,即不同颜色的形成、初始颜色的损失或初始颜色的增强。此外,使用三苯基甲烷染料是有利的,因为此类染料通常不妨碍环氧树脂被胺固化剂后续固化。不希望受任何种类的理论的束缚,假定染料和胺基环氧固化剂能够可逆地形成与染料自身具有不同颜色的不稳定反应产物。如技术人员所认识到的,可以使用可用于如本文所述应用的任何种类的三苯基甲烷染料。可用作如本文所述指示剂的三苯基甲烷染料的示例描述于例如由The Interscience Encyclopedia公司出版的“用于食品、药品和化妆品的合法食用色素图册”,S.Zuckerman,《化学技术百科全书》,第4卷,第287-313页,版权1949(“Atlas of Certified Colours for

Foods, Drugs and Cosmetics”, S. Zuckerman, Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 4, pp. 287-313, copyright 1949)。因为已发现阳离子三苯基甲烷染料尤其适用于本公开的目的, 因此阳离子三苯基甲烷染料是优选的。三苯基甲烷染料的一个具体优选示例为 4-[[4-(二乙基-氨基)苯基]-(4-二乙基铵亚基环己-2,5-二烯-1-亚基)甲基]-6-羟基苯-1,3-二磺酸酯或者其钙、钾或钠盐, 优选地钙盐或钠盐, 或者溴麝香草酚蓝(4,4'-(1,1-二氧代-3H-2,1-苯并氧硫杂环戊烷-3,3-二基)双(2-溴-6-异丙基-3-甲酚))。4-[[4-(二乙基-氨基)苯基]-(4-二乙基铵亚基环己-2,5-二烯-1-亚基)甲基]-6-羟基苯-1,3-二磺酸酯的钙盐可以商品名 Vibracolor Blue FBL 5 购自巴斯夫公司(BASF)。4-[4,4'-双-二乙基氨基- $\alpha$ -羟基-二苯甲基]-6-羟基-苯基-1,3-二磺酸的钠盐以商品名 Patent Blue V 购自西格玛奥德里奇(Sigma Aldrich)。

[0085] 优选地, 所述至少一种三苯基甲烷染料以基于部分(B)的总重量计 0.01 重量% 至 2 重量%, 优选地 0.01 重量% 至 1 重量%, 更优选地 0.01 重量% 至 0.2 重量% 的量包含在可固化浇注树脂前体的部分(A)和/或部分(B)中。在本公开的一个优选的实施方案中, 所述至少一种三苯基甲烷染料包含在部分(A)中。在部分(A)中包含所述至少一种三苯基甲烷染料可具有恒定粘度、适用期和颜色强度的优点, 甚至在高温下长时间储存后也是如此。在本公开的另一个优选的实施方案中, 所述至少一种三苯基甲烷染料包含在部分(B)中。

[0086] 根据本公开的可固化浇注树脂前体的部分(B)还包含至少一种矿物填料。这具有以下效果: 调节部分(B)和/或可固化浇注树脂的粘度, 产生已固化树脂的特定机械稳定性和强度, 以及/或者消散在树脂固化期间产生的放热。优选地, 所述至少一种矿物填料来自包括无机氧化物、无机氢氧化物、无机羟基氧化物和金属氮化物的填料材料的组。优选的实施方案包括氢氧化铝、二氧化硅、氧化铝、碳酸钙、氮化硅、氮化硼、氮化铝、碳化硅和玻璃泡。二氧化硅可以是无定形或热解法二氧化硅, 以及与另外的有机或无机物质的混合物。玻璃泡可以是中空玻璃泡, 其可进一步降低组合物的密度和/或重量, 这对于各种应用可能是有利的。示例性的商业填料包括 SHIELDEX AC5 (合成的无定形二氧化硅、氢氧化钙混合物, 购自 W.R. Grace (哥伦比亚, 马里兰州, 美国)); CAB-O-SIL TS 720 (用聚二甲基硅氧烷聚合物处理的疏水性热解法二氧化硅, 购自德国哈瑙的卡博特有限公司 (Cabot GmbH in Hanau, Germany)); AEROSIL VP-R-2935 (疏水性热解法二氧化硅, 购自德国杜塞尔多夫的德国萨公司 (Degussa (Düsseldorf, Germany))); AEROSIL R-202 (疏水性热解法二氧化硅, 购自德国赢创工业 (Evonik Industries, Germany)); IV 级玻璃珠 (250-300 微米): Microbilles de verre 180/300 (购自法国 CVP S.A. 公司 (CVP S.A. in France)); 玻璃泡 K37: 无定形二氧化硅 (购自德国诺伊斯的 3M 有限公司 (3M Deutschland GmbH in Neuss, Germany)); MINSIL SF 20 (购自美国田纳西州的 510 中路的明科公司 (Minco Inc., 510 Midway, Tennessee, USA)); 无定形熔融二氧化硅; 以及 APYRAL 24ESF (环氧硅烷官能化的 (2 重量%) 三水合铝) 和 APYRAL 22 (三水合铝), 购自德国施万多夫的纳博特有限公司 (Nabaltec GmbH in Schwandorf, Germany)。熔融二氧化硅可例如以商品名 MINSIL 购自 Minco Inc. (美国 Midway)。中空玻璃微球可以商品名 MICROBUBBLES 购自美国圣保罗明尼苏达州的 3M 公司 (3M Company, St. Paul, MN, USA)。

[0087] 优选地, 如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(B)包含所述至少一种矿物填料, 所述至少一种矿物填料的量基于部分(B)的总重量计为 40 重量% 至 80 重量%, 优选地 45

重量%至75重量%，更优选地50重量%至70重量%。

[0088] 部分(B)还包含至少一种酚脂。一般来讲，术语“酚脂”用于由长脂族链和酚环构成的一类天然产物。如本文所用，该术语描述由长脂族链和酚环构成的天然或优选合成来源的化合物。可固化浇注树脂及其前体中存在所述至少一种酚脂可具有即使在低温下也改善树脂组合物的柔韧性并且也增加由其获得的已固化树脂的疏水性的效果。优选地，所述至少一种酚脂选自烷基儿茶酚、烷基酚、烷基间苯二酚和漆树酸。更优选地，所述至少一种酚脂为选自丙基酚、丁基酚、戊基酚、辛基酚、壬基酚、十二烷基酚和腰果酚基化合物的烷基酚。腰果酚基化合物可作为树脂改性剂，例如以商品名NX-2026或Ultra Lite 2023商购自卡德莱公司(Cardolite Corporation)。

[0089] 优选的是，所述至少一种酚脂以基于部分(B)的总重量计1重量%至30重量%，优选地2.5重量%至25重量%，更优选地3重量%至20重量%的量包含在可固化浇注树脂前体的部分(B)中。

[0090] 还可优选的是，在可固化浇注树脂前体的部分(A)中另外包含所述至少一种酚脂。在这种情况下，优选的是，所述至少一种酚脂以基于部分(A)的总重量计5重量%至30重量%，优选地7.5重量%至25重量%，更优选地10重量%至20重量%的量包含在部分(A)中。

[0091] 另外优选的是，根据本公开的可固化浇注树脂前体的部分(A)包含至少一种反应性稀释剂。反应性稀释剂是含环氧分子。用于本文的环氧基反应性稀释剂没有特别的限制。在本领域中通常已知的任何环氧基反应性稀释剂均可在本公开的上下文中使用。

[0092] 不希望受理论的束缚，据信环氧基反应性稀释剂有利地具体影响可固化浇注树脂前体的部分(A)和由其获得的可固化浇注树脂的任一者或两者的粘度。

[0093] 在本公开的具体方面中，其中用于本文的环氧基反应性稀释剂具有饱和或不饱和的环状主链，并且优选包含作为反应性末端部分的缩水甘油醚。

[0094] 根据优选的方面，用于本文的环氧基反应性稀释剂选自间苯二酚的二缩水甘油醚、环己烷二甲醇的二缩水甘油醚、新戊二醇的二缩水甘油醚、三羟甲基丙烷的三缩水甘油醚、以及它们的任何混合物。

[0095] 用于本文的可商购获得的反应性稀释剂包括例如“反应性稀释剂107”(购自瀚森公司(Hexion))和“Epodil”系列(购自美国宾夕法尼亚州艾伦镇的空气产品和化工有限公司(Air Products and Chemical Inc, Allentown, PA, USA)),具体包括EPODIL 746、EPODIL 747、EPODIL 748和EPODIL757。

[0096] 当使用时，优选地，反应性稀释剂基于部分(A)的总重量计以1重量%至20重量%，优选地3重量%至18重量%的量包含在可固化浇注树脂前体的部分(A)中。

[0097] 如本文所述的浇注树脂前体的部分(A)与部分(B)的比率优选地在1:1至1:2，优选地1:1.1至1:1.6的范围内。

[0098] 本公开的另一对象为一种可固化浇注树脂组合物，其通过将如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分(A)和部分(B)组合而获得。如已描述，可固化浇注树脂组合物可赋予期望的特性，诸如良好的适用期、在环境温度下甚至在存在水的情况下可固化、在可接受的放热的形成下良好的固化速度，并且已固化组合物的特性可包括良好的机械特性、耐化学品性以及良好的电绝缘特性。

[0099] 根据DIN EN ISO 527-2，可固化浇注树脂组合物可在固化后提供在10MPa至60MPa

范围内,优选地在15MPa至55MPa范围内,更优选地在20MPa至50MPa范围内的拉伸强度。另外,根据DIN EN ISO 527-2,可固化浇注组合物可在固化之后提供在0.1%至20%范围内,优选地在0.5%至15%范围内,更优选地在1%至10%范围内的断裂伸长率。关于已固化浇注树脂组合物的电特性,根据IEC 60250,可固化浇注树脂组合物可在固化后提供在室温下在0.5至20范围内,优选地在1至15范围内,更优选地在2.5至10范围内的介电常数。根据IEC 60250,可固化浇注组合物可在固化后提供在80℃下在1至30范围内,优选地在2.5至25范围内,更优选地在5至20范围内的介电常数。根据IEC 60250,可固化浇注组合物可在固化后提供在室温下在0.001至0.1范围内,优选地在0.01至0.05范围内的耗散因数。此外,根据IEC 60250,可固化浇注组合物可在固化后提供在80℃下在0.005至1范围内,优选地在0.01至0.75范围内,更优选地在0.1至0.5范围内的耗散因数。另外,根据VDE 0303-30,可固化浇注组合物可在固化后提供在室温下在 $1 \times 10^{13} \Omega \text{ cm}$ 至 $1 \times 10^{16} \Omega \text{ cm}$ 范围内,优选地在 $1 \times 10^{14} \Omega \text{ cm}$ 至 $9 \times 10^{15} \Omega \text{ cm}$ 范围内的比体积电阻率。根据VDE 0303-30,可固化浇注组合物可在固化后提供在80℃下在 $1 \times 10^9 \Omega \text{ cm}$ 至 $1 \times 10^{13} \Omega \text{ cm}$ ,优选地在 $5 \times 10^9 \Omega \text{ cm}$ 至 $9 \times 10^{12} \Omega \text{ cm}$ 范围内的比体积电阻率。如本文所述的具有上述特性中至少一种,优选地其组合,更优选地全部特性的可固化组合物非常适于在线缆接头或接片的现场绝缘中应用,该线缆接头或接片可由甚至未经训练的工人容易地施加并且提供防潮性、防物理冲击性并提供进一步的电绝缘性。另外,可固化浇注树脂可表现出适用于如本文所述应用的适用期。也就是说,根据HD631.1, S.2, 2007,可固化浇注树脂可在室温下表现出至少5分钟、至少10分钟或甚至至少15分钟的适用期。可固化浇注树脂还可表现出小于80分钟、小于60分钟或小于40分钟的适用期。此外,根据HD631.1, S.2, 2007,可固化浇注树脂可表现出在室温下低于180℃,优选地低于170℃,更优选地低于160℃的放热峰。这对于施加可固化浇注树脂的工人是特别有利的,并且还可避免对围绕线缆接头和浇注树脂的结构和设备造成损坏。

[0100] 本公开还提供了一种封装金属部件诸如线缆接头的方法,该方法包括以下步骤:

[0101] (a) 提供如本文所述的可固化浇注树脂前体,

[0102] (b) 将可固化浇注树脂前体的部分(A)和(B)组合以便形成可固化浇注树脂组合物;

[0103] (c) 提供至少一个金属部件;

[0104] (d) 任选地,围绕所述至少一个金属部件诸如线缆接头的至少一部分提供铸件;

[0105] (e) 将可固化浇注树脂组合物施加至所述至少一个金属部件诸如线缆接头;以及

[0106] (f) 允许可固化浇注树脂组合物固化。

[0107] 现在将使用包括至少两根不同线缆的金属部件的接头的线缆接头作为所述至少一个金属部件的特别优选的示例来阐释该方法。将部分(A)和(B)组合可通过将(A)的一部分和(B)的一部分组合到容器中并优选地将所组合的部分混合来进行。混合可通过搅拌混合物来实现,例如通过用电动搅拌器、搅拌棒等机械搅拌来实现。优选地,可通过以下方式进行混合:将部分(A)和(B)填充到透明塑料容器诸如塑料袋中,并且通过挤压容器,优选地塑料袋将两部分混合,直至两部分充分混合。这可通过如本文所述混合物的相应颜色变化来观察。因此,在获得如本文所述的可固化浇注树脂组合物之后,将其施加到线缆接头并使其固化。优选地,围绕线缆接头提供模具或铸件,可固化浇注树脂组合物被转移到该模具或铸件中。使可固化浇注组合物固化通常在环境条件下进行,即在大多数情况下,在室温下进

行。有利的是，固化过程可通过观察如本文所述的颜色变化来监测。也就是说，使用如本文所述可固化浇注树脂前体的工人可观察可固化浇注树脂令人满意地固化的时间点。这是特别有利的，因为工人随后可移动线缆接头和/或附接到其上的线缆，任选地移除铸件，并继续涉及新绝缘线缆接头的其他或附加的建筑工程。金属部件的其他示例包括电导体和电机。

[0108] 根据本公开的可固化浇注树脂前体可易于存储、装运并根据需要由使用者经由施用套件施加，该施用套件在分开容器中包含所述可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和部分 (B)。因此，本公开还提供了一种用于使线缆接头绝缘的施用套件，该施用套件包括：

[0109] (i) 第一容器和第二容器，该第一容器盛有如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分 (A)，该第二容器盛有如本文所述的可固化浇注树脂前体的部分 (B)；

[0110] (ii) 浇注室/模具，其尺寸被设定成为线缆接头提供空间并用于将可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 混合，使得线缆接头可被通过将可固化浇注树脂前体的部分 (A) 和 (B) 混合而获得的可固化浇注树脂组合物覆盖。

[0111] 就这一点而言，优选的是，第一容器和第二容器以及浇注室/模具由透明聚合物材料制成。应当理解，存在适用于如本文所设想应用的多种聚合物材料，这些聚合物材料是本领域已知的并且被技术人员容易地选择。

[0112] 本公开还提供了如本文所述的可固化浇注树脂前体或可固化浇注树脂组合物用于封装金属部件的用途。优选地，本文所述的可固化浇注树脂前体或可固化浇注树脂的用途包括使线缆接头或接片绝缘。根据本公开的前体和浇注树脂的另一优选用途包括封装电气装置。封装电气装置一般包括使电气装置电绝缘。

[0113] 实施例

[0114] 进一步描述本公开，然而不希望将本公开限制于此。提供以下实施例来示出某些实施方案但非意在以任何方式限制。在此之前，将描述用于表征材料以及它们的特性的某些测试方法。除非另外指明，否则所有份数和百分比均按重量计。

[0115] 实施例

[0116] 所用材料：

[0117]

产品名称	供应商	详情
EPON 828	瀚森公司(Hexion)	标准双酚 A/表氯醇基环氧树脂
DER 351		双酚 A/F 环氧树脂
DER 3274		具有反应性稀释剂的双酚 A 环氧树脂
CUR09370	3M	环氧固化剂
NX-2026	卡德莱公司 (Cardolite)	腰果酚基树脂改性剂
NX-5608	卡德莱公司 (Cardolite)	酚烷基胺环氧固化剂
Apyral 20x	纳博特 (Nabaltec)	氢氧化铝, 矿物填料
Apyral 22	纳博特 (Nabaltec)	氢氧化铝, 矿物填料
Silbond 126 EST	Quarzwerte 公司	经表面处理的二氧化硅, 矿物填料
Vibracolor Blue FBL 5	巴斯夫公司(BASF)	4-[[4-(二乙基-氨基)苯基]-(4-二乙基铵亚基环己-2,5-二烯-1-亚基)甲基]-6-羟基苯-1,3-二磺酸酯的钙盐
Patent Blue V	西格玛奥德里奇 (Sigma Aldrich)	4-[[4-(二乙基-氨基)苯基]-(4-二乙基铵亚基环己-2,5-二烯-1-亚基)甲基]-6-羟基苯-1,3-二磺酸酯的钠盐
Iragon Blue FBL5-L HFC	巴斯夫公司(BASF)	4-[4,4'-双-二乙基氨基- $\alpha$ -羟基-二苯甲基]-6-羟基-苯基-1,3-二磺酸的钙盐, 溶解于双丙二醇中

[0118] 测试方法

[0119] 1. 拉伸强度。

[0120] 根据DIN EN ISO 527-2:2012 (塑料—拉伸特性的测定—部分2:用于模制和挤出塑料的测试条件),使用样本类型1B和5mm/min的测试速度在“Zwick Roell 030”张力检验器上测定拉伸强度。通过将由部分A和部分B组成的混合且脱气的树脂制剂填充到相应的测试样本模具中并在室温下将树脂固化24小时,然后在80℃下固化24小时获得样本。在测试之前根据DIN EN ISO 527-1:2012对样本进行调理。

[0121] 2. 断裂伸长率。

[0122] 根据DIN EN ISO 527-2:2012 (塑料—拉伸特性的测定—部分2:用于模制和挤出塑料的测试条件),使用样本类型1B和5mm/min的测试速度在“Zwick Roell 030”张力检验器上测定断裂伸长率。通过将由部分A和部分B组成的混合且脱气的树脂制剂填充到相应的测试样本模具中并在室温下将树脂固化24小时,然后在80℃下固化24小时获得样本。在测试之前根据DIN EN ISO 527-1:2012对样本进行调理。

[0123] 3. 适用期。

[0124] 在23℃下,使用200mL测试体积,根据HD631.1 S2部分7.2中所述的测试方法测定适用期。

[0125] 4. 放热峰值。

[0126] 在23℃下,使用200mL测试体积和“Yokogama DC100”数据收集器,根据HD631.1 S2部分7.3中所述的测试方法测定放热峰值。

[0127] 5. 介电常数和耗散因数。

[0128] 使用“Haefely型2914”测试电池和“Megohmmeter LDIC M1500P”介电测试站,根据 IEC 60250:1969在50Hz和500V/mm下测定介电常数和耗散因数。通过将由部分A和部分B组成的混合且脱气的树脂制剂填充到相应的测试样本模具中并在室温下将树脂固化24小时,然后在80℃下固化24小时获得1mm厚测试板。在测试之前将导电银漆施涂到测试板。

[0129] 6. 比体积电阻率。

[0130] 使用“Haefely型2914”测试电池和“Megohmmeter LDIC M1500P”介电测试站,根据 VDE 0303-30:1993在50Hz和500V/mm下测定比体积电阻率。通过将由部分A和部分B组成的混合且脱气的树脂制剂填充到相应的测试样本模具中并在室温下将树脂固化24小时,然后在80℃下固化24小时获得1mm厚测试板。在测试之前将导电银漆施涂到测试板。

[0131] 部分A和部分B的制备

[0132] 使用高速混合器 (DAC 600.2VAC-P Speedmixer,购自豪斯切德工程 (Hauschild Engineering)) 在2000rpm下搅拌,通过组合表1中列出的成分来制备可固化粘合剂前体组合物的部分A。在第一步骤中,将用于部分B的液体组分在一起混合1分钟。将完整的混合物在高速混合器中再次以2000rpm搅拌至少2分钟,以确保所有成分完全分散。

[0133] 表1部分A的组成 (量按重量%计)

实施例	DER 351	DER 3274	NX 2026	Iragon Blue FBL5-L HFC
1	75	25		
2	80		20	
3	83.3		16.7	
4	100			
5	99.7			0.3

[0135] 根据如针对部分A所概述的相同程序制备可固化粘合剂前体组合物的部分B,但使用如表2中所列出的成分。在每次加入后,在以2000rpm混合2分钟后,相继加入固体部分。将完整的混合物在高速混合器中再次以2000rpm搅拌至少2分钟以确保所有成分完全分散。

[0136] 使用高速混合器在800rpm下将上述部分A和B在50毫巴的减压下混合5分钟。对于实施例1部分A:部分B的混合比率为1:1.45,对于实施例2部分A:部分B的混合比率为1:1.16,对于实施例3部分A:部分B的混合比率为1:1.08,对于实施例4部分A:部分B的混合比率为1:1.13。

[0137] 表2:部分B的组成 (量按重量%计)

实施例	NX 5608	CUR09370	Apyral 22	NX 2026	Patent Blue V
1	31		55.2	13.8	
2	25.9	1.7	69	3.5	0.01
3	30.8	3.9	61.5	3.9	0.02
4	28.9	8.9	53.3	8.9	0.02
5	22.8	7	56.1	14	

[0139] 实施例5的部分 (A) 在混合前具有蓝色。在将部分 (A) 和部分 (B) 均匀混合60秒后,所得混合物表现出均匀的绿色。在固化过程中,绿色变成深绿色,最后在树脂固化后再次变成蓝色。即使在至多65℃的温度下储存几周后,实施例5的粘度、适用期和颜色强度仍保持在恒定水平。



[0140] 表3:已固化组合物的机械性能

实施例	拉伸强度 [MPa]	断裂伸长率 [%]
2	29	1
3	33	3
4	40	3

[0142] 表4:可固化浇注树脂组合物的固化特性

实施例	适用期 (室温)	峰值放热 (室温)
1	16分钟 (200毫升)	136℃ (200毫升)
2	17分钟 (200毫升)	116℃ (200毫升)
3	17分钟 (200毫升)	134℃ (200毫升)
4	23分钟 (200毫升)	157℃ (200毫升)

[0144] 表5:已固化组合物的介电常数

实施例	室温下的介电常数	80℃下的介电常数
1	5.4	8.4
2	5.1	11.2
3	5.3	12.8
4	5.3	7.1

[0146] 表6:已固化组合物的耗散因数

实施例	室温下的耗散因数	80℃下的耗散因数
1	$2.4 \times 10^{-2}$	$2.2 \times 10^{-1}$
2	$2.4 \times 10^{-2}$	$4.7 \times 10^{-1}$
3	$2.2 \times 10^{-2}$	$5.2 \times 10^{-1}$
4	$1.8 \times 10^{-2}$	$1.1 \times 10^{-1}$

[0148] 表7:室温下的比体积电阻率

实施例	室温下的比体积电阻率 [ $\Omega \text{ cm}$ ]	80℃下的比体积电阻率 [ $\Omega \text{ cm}$ ]
1	$8.2 \times 10^{14}$	$9.6 \times 10^{10}$
2	$5.8 \times 10^{14}$	$1.8 \times 10^{10}$
3	$8.3 \times 10^{14}$	$1.5 \times 10^{10}$
4	$1.3 \times 10^{15}$	$9.6 \times 10^{11}$