



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201224052 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 06 月 16 日

(21)申請案號：100140233

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 11 月 04 日

(51)Int. Cl. : C08L63/02 (2006.01)

C08L61/06 (2006.01)

C08G59/40 (2006.01)

C08G59/50 (2006.01)

(30)優先權：2010/11/19 日本

2010-259088

(71)申請人：漢高日本股份有限公司 (日本) HENKEL JAPAN LTD. (JP)

日本

(72)發明人：陳純福 CHEN, CHUNFU (CN)

(74)代理人：李品佳

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：0 共 20 頁

(54)名稱

單組分環氧樹脂組成物

ONE COMPONENT EPOXY RESIN COMPOSITION

(57)摘要

提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中，其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。一種單組分環氧樹脂組成物含有(a)100份重量比之液態環氧樹脂；(b)用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及(c)不超過30份重量比之液態酚系樹脂。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201224052 A1

(43)公開日：中華民國 101 (2012) 年 06 月 16 日

(21)申請案號：100140233

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 11 月 04 日

(51)Int. Cl. : C08L63/02 (2006.01)

C08L61/06 (2006.01)

C08G59/40 (2006.01)

C08G59/50 (2006.01)

(30)優先權：2010/11/19 日本

2010-259088

(71)申請人：漢高日本股份有限公司 (日本) HENKEL JAPAN LTD. (JP)

日本

(72)發明人：陳純福 CHEN, CHUNFU (CN)

(74)代理人：李品佳

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：0 共 20 頁

(54)名稱

單組分環氧樹脂組成物

ONE COMPONENT EPOXY RESIN COMPOSITION

(57)摘要

提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中，其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。一種單組分環氧樹脂組成物含有(a)100份重量比之液態環氧樹脂；(b)用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及(c)不超過30份重量比之液態酚系樹脂。

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種單組分環氧樹脂組成物，以及尤指利用潛固化劑之一單組分環氧樹脂組成物。

### 【先前技術】

環氧樹脂由於就力學性質、電氣性質、熱性質、抗化學腐蝕性質和黏合性質而言其固化產物具有極佳性能而已被廣泛應用於例如塗料、電和電子絕緣材料以及黏合劑。特別於近年來，為了改善電子材料應用上之產率而需要具有極佳固化性質和儲存安定性之單組分環氧樹脂組成物。

此處已建議許多單組分環氧樹脂組成物。以一單組分環氧樹脂組成物為例，該單組分環氧樹脂組成物係使用潛固化劑例如雙氰胺、 $\text{BF}_3$ -胺錯合物、胺鹽或經修飾之咪唑化合物作為固化劑。例如，專利文件 1 中描述一種藉由微膠囊化胺化合物和含作為固化劑之潛固化劑的單組分環氧樹脂組成物所製備之潛固化劑。

然而，這些極佳儲存安定性之習知潛固化劑具有低固化性以及需要在高溫或長時間進行固化。例如，含有雙氰胺之單組分環氧樹脂組成物在環境溫度中具有六個月或更長之儲存安定性，但是其需要  $170^\circ\text{C}$  或更高的固化溫度。

此外，專利文件 2 中描述一種含有優勢液態酚系樹脂作為固化劑以及用於混合該固化劑之潛固化劑的單組分環氧樹脂組成物。此單組分環氧樹脂組成物具有高固化性質並且同時具有極佳儲存安定性。然而，利用優勢液態酚系樹脂作為固化劑時，其係藉由固化該組成物獲得樹脂機械強度，亦即與利用優勢潛固化劑比較時可能有較少之經固化樹脂。

[專利文件 1]日本專利早期公開案號 2010-53353

[專利文件 2]日本專利早期公開案號 2004-27159

【發明內容】

本發明已可解決上述的問題，以及本發明之目的係提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

本發明提供一種單組分環氧樹脂組成物含有：

- (a) 100 份重量比之液態環氧樹脂；
- (b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量粉末潛固化劑；以及
- (c) 不超過 30 份重量比之液態酚系樹脂。

在一具體實施例中，該潛固化劑之含量為 5 至 50 份重量比。

在一具體實施例中，該潛固化劑之含量為 10 至 35 份重量比。

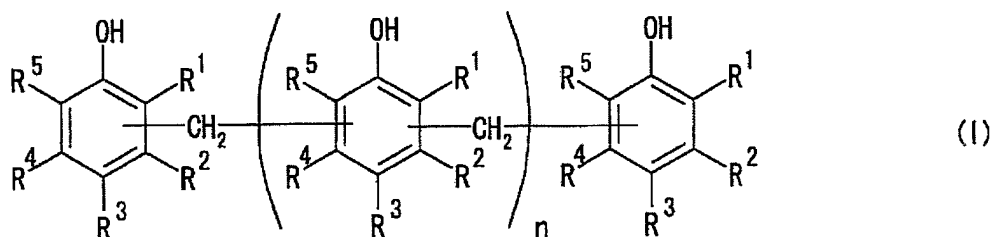
在一具體實施例中，該液態酚系樹脂之含量為 0.1 至 25 份重量比。

在一具體實施例中，該液態環氧樹脂組成物包含至少一選自由雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、兒茶酚(catechol)和間苯二酚所構成之群組。

在一具體實施例中，該潛固化劑包含至少一種選自由胺/咪唑化合物以及其加合物所構成之群組。

在一具體實施例中，該液態酚系樹脂包含下式代表之酚系酚醛樹脂：

[化學式 1]



其中， $R^1$  至  $R^5$  各獨立代表 H、具有 1 至 3 個碳原子之烷基或烯丙

基，以及  $n$  代表 0 至 3 之整數。 $R^1$  至  $R^5$  於不同苯環上分別代表不同意義。

在一具體實施例中，該單組分環氧樹脂組成物進一步包含至少一選自由巴比妥酸和硼酸酯作為安定劑所構成之群組。

本發明之單組分環氧樹脂組成物具有高固化性質以及其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

上述成分(a)之液態環氧樹脂於室溫或 25°C 時為液體。該液態環氧樹脂由一環氧樹脂所組成，或可為二或多類環氧樹脂之混合物。

該液態環氧樹脂類型之實例包括雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、脂環族環氧樹脂、烯丙基雙酚型環氧樹脂及其混合物。然而，若該成分(a)所形成混合物為液體時可依需要使用固態環氧樹脂混合該液態環氧樹脂。

液態環氧樹脂之特定實例包括 Tohto Kasei 公司製造之雙酚 F 型環氧樹脂 EPOTOHTO YDF-8170(環氧當量 158 g/eq)、Dow 氏化學公司製造之 DER-332(環氧當量 170 g/eq)以及日本環氧樹脂公司製造之雙酚 A 型環氧樹脂 YL 980 和 YL 983U(環氧當量 170 g/eq)，及 DAICEL 化學工業公司製造之脂環族環氧樹脂 CELLOXIDE 2021(環氧當量 135 g/eq)。

作為成分(b)之潛固化劑時，該一或多類潛固化劑可選自一般市售潛固化劑及被使用。明確而言，以胺基潛固化劑較佳，以及胺基潛固化劑之實例包括具有潛在性質之目前已知胺化合物以及經修飾之胺例如胺加合物。該經修飾之胺包括以胺修飾之產品(表面轉變成加合物)之外殼包圍胺化合物(或胺加合物)核心表面的一核殼型固化劑，以及其核殼型固化劑與環氧樹脂呈混合狀態之色母粒型固化劑。

具有潛在性質胺化合物之實例包括一級芳香胺例如二胺基二苯化甲烷和二胺基二苯砜；咪唑例如 2-十七烷基咪唑、1-氰乙基-2-十一基咪唑偏苯三甲酸酯、2,4-二胺基-6-[2-甲基咪唑基-(1)]-乙基-S-三氮雜苯、1-十二烷基-2-甲基-3-苄基氯化咪唑、2-咪唑異氰酸苯酯和 2-苯基-4-甲基-5-羥甲基咪唑；三氟化硼-胺錯合物；雙氰胺衍生物例如雙氰胺(dicyandiamide)、鄰甲苯基二胍和  $\alpha$ -2,5-甲基二胍；有機酸醯肼例如琥珀酸二醯肼和己二酸二醯肼；二胺基順丁烯腈和其衍生物；以及三聚氰胺衍生物例如三聚氰胺和二丙烯三聚氰胺。

一般而言，該潛固化劑是為一粉末狀固體。

胺加合物係一胺化合物與一環氧化合物、一異氰酸酯化合物及一尿素化合物的反應產物。

用於製造胺加合物之胺化合物可為具有於一分子內與一環氧基、一異氰酸基及一尿素化合物產生加合反應之一或多個活性氫以及具有一分子內選自一級胺基、二級胺基及三級胺基之至少一個取代基的化合物。此類胺化合物之實例包括二伸乙三胺、三伸乙四胺、正丙胺、2-羥乙基胺丙胺、環己胺、二甲基胺丙胺、二丁基胺丙胺、二甲基胺乙胺、二乙基胺乙胺和 N-甲基哌井；分子內含三級胺基之一級或二級胺包括咪唑化合物例如 2-甲基咪唑、2-乙基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑和 2-苯基咪唑；分子內含三級胺基之醇、酚、硫醇、羧酸和醯肼例如 2-二甲基胺乙醇、1-甲基-2-二甲基胺乙醇、1-苯氧甲基-2-二甲基胺乙醇、2-二乙基胺乙醇、1-丁氧甲基-2-二甲基胺乙醇、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-乙基-4-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-乙基-4-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-苯基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-苯基咪

唑、2-(二甲基胺甲基)酚、2,4,6-三(二甲基胺甲基)酚、N-β-羥乙基嗎啉、2-二甲基胺乙硫醇、2-巰吡啶、2-巰基苯并咪唑、2-巰基苯并噻唑、4-巰基吡啶、N,N-二甲基胺苯甲酸、N,N-二甲基甘胺酸、菸鹼酸、異菸鹼酸、吡啶甲酸(picolinic)、N,N-二甲基甘胺醯肼、N,N-二甲基丙酸醯肼、菸鹼酸醯肼和異菸鹼酸醯肼。

此外，被用於製造胺加合物原料之環氧化合物的實例包括藉由多元酚例如雙酚 A、雙酚 F、兒茶酚或間苯二酚，或多元醇例如甘油或聚乙二醇與表氯醇(epichlorohydrin)反應所獲得之聚縮水甘油醚；藉由羥基羧酸例如對羥基苯甲酸和 β-羥基萘甲酸與表氯醇反應所獲得之縮水甘油醚酯；藉由多元羧酸例如酞酸或對酞酸與表氯醇反應所獲得之聚縮水甘油酯；從 4,4'-二胺基二苯化甲烷和間胺基酚獲得之縮水甘油胺化合物；多官能環氧化合物例如環氧化酚系酚醛樹脂、環氧化甲酚酚醛樹脂和環氧化聚烯烴；以及單官能環氧化合物例如丁基縮水甘油醚、苯基縮水甘油醚和縮水甘油甲基丙烯酸酯。

由於異氰酸酯化合物係用於製造胺加合物之原料，而可使用單官能異氰酸酯化合物例如異氰酸正丁酯、異氰酸異丙酯、異氰酸苯酯和異氰酸苄酯；多官能異氰酸酯化合物例如二異氰酸六亞甲酯、二異氰酸甲伸苯酯、1,5-二異氰酸萘、二苯基甲烷-4,4'-二異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯(isophorone diisocyanate)、二異氰酸荏酯(xylylene diisocyanate)、二異氰酸對亞苯基酯、1,3,6-三異氰酸六亞甲酯和雙環庚烷三異氰酸酯；以及可使用於其端部含異氰酸酯基之化合物，其係獲得自上述多官能異氰酸酯化合物與活性氫化合物之反應，以及此類化合物之實例包括於其端部具有一異氰酸酯基之藉由二異氰酸伸甲苯酯與三甲醇丙烷反應獲得的加成反應產物。

用於製造胺加合物之尿素化合物原料的實例包括尿素、磷酸脲、草酸脲、乙酸脲、二乙醯脲、二苯甲醯脲和三甲基脲。

市售胺加合物之典型實例包括胺環氧加合物例如"ADEKA HARDENER H-3613S"(Asahi Denka 公司商品名)、"ADEKA HARDENER H-3293S"(Asahi Denka 公司商品名)、"AMICURE PN-23"(Ajinomoto 公司商品名)、"AMICURE MY-24"(Ajinomoto 公司商品名)、"CUREDUCT P-0505"(SHIKOKU 化學公司商品名)；尿素型加合物例如"FUJICURE FXE-1000"(Fuji Kasei Kogyo 公司商品名)和"FUJICURE FXR-1036"(Fuji Kasei Kogyo 公司商品名)。

此外，藉由酸化合物例如羧酸化合物和磺酸化合物、異氰酸酯化合物或環氧化合物進一步處理胺化合物(或胺加合物)表面以於該表面上形成改良產品(加合物等)之外殼而獲得該核-殼型固化劑。此外，該色母粒型固化劑係與環氧樹脂呈混合狀態之核殼型固化劑。

市售色母粒型固化劑之實例包括"Novacure HX-3722"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)、"Novacure HX-3742"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)、"Novacure HX-3613"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)等。

上述成分(c)之液態酚系樹脂於室溫，或 25°C 時為液體。該液態酚系樹脂由一酚系樹脂所組成，或可為二或多類酚系樹脂之混合物。

一類液態酚系樹脂之實例包括烯丙基化酚系酚醛樹脂、二烯丙基化雙酚 A、乙烯基化酚、二烯丙基化雙酚 F，以及其於 25°C 為液態之混合物。該液態酚系樹脂之羥基當量通常為 80 至 200 g/eq.。

此外，上述式(1)代表之酚系酚醛樹脂亦較佳為液態環氧樹脂。

式(1)中， $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H、具有1至5個碳原子之烷基或烯丙基，以及 $n$ 為0或更多之整數。 $R^1$ 至 $R^5$ 於不同苯環上分別代表不同意義。例如，最左側苯環上之 $R^3$ 可為H以及最右側苯環上之 $R^3$ 可為一烯丙基。該液態環氧樹脂較佳為一烯丙基化酚系酚醛樹脂，其 $R^1$ 至 $R^5$ 至少一代表至少苯環上之一烯丙基。

一較佳液態酚系樹脂係式(1)代表之環氧酚醛樹脂，其中 $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H、具有1至3(較佳為1或2)個碳原子之烷基或烯丙基，以及 $n$ 係0至3之整數。

該最佳液態酚系樹脂係式(1)代表之環氧酚醛樹脂，其中 $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H或烯丙基，以及 $n$ 係0至3之整數，以及其至少於部分苯環上具有該烯丙基。此類烯丙基化酚系酚醛樹脂已知為Meiwa 塑料工業公司製造之MEH 8000(羥基當量 141 g/eq.)、MEH 8005(羥基當量 135 g/eq.)、MEH 8010(羥基當量 130 g/eq.)和MEH 8015(羥基當量 134 g/eq.)。

藉由混合該成分(a)至(c)，以及需要時之公認官能成分例如適量之安定劑、稀釋劑和充填劑可獲得本發明之單組分環氧樹脂組成物。可於室溫，或加熱至固化溫度或更低溫度進行該成分之混合。混合裝置係使用混合機(kneader)或攪拌機。

接著，將敘述單組分環氧樹脂組成物內成分(a)至(c)之含量。成分(b)含量為適用於固化該成分(a)之含量。成分(a)之固化指固化該成分(a)而使經固化樹脂之機械強度高於預期用途所需之意。此時，該經固化樹脂之較佳機械強度可被認為等於使用優勢潛固化劑時。

成分(b)之含量通常決定於經驗法則。就100份重量比成分(a)而言，該成分(b)之含量通常為50至100份重量比以及較佳為80至120份重量比。當該成分(b)之含量超出上述範圍時，該經固化

樹脂不具有足夠之機械強度。

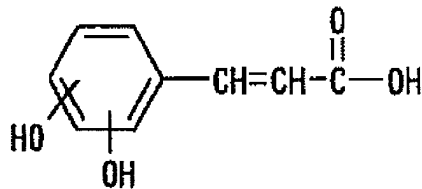
成分(c)之含量為可適當賦予該單組分環氧樹脂組成物高固化性之數量。高固化性意指低固化溫度及短固化時間。就 100 份重量比成分(a)而言，該成分(c)之含量通常為 30 份或更低重量比以及較佳為 0.1 至 25 份重量比。當該成分(c)之含量超出上述範圍時，該單組分環氧樹脂組成物之固化性被降低。

本發明之單組分環氧樹脂組成物可含有除了成分(a)至(c)之其他成分。例如從可加工性和耐儲存性之室溫下長期儲存期限觀點而言，本發明之單組分環氧樹脂組成物較佳為含有作為安定劑之有機酸。

酸度高於液態酚樹脂之酸之有機酸較佳為用於該成分(c)。亦即，較佳情況為該有機酸之 pKa 值小於液態酚系樹脂之 pKa 值。此外，"酸度"意指組成物內之酸度以及非指水中之酸度。

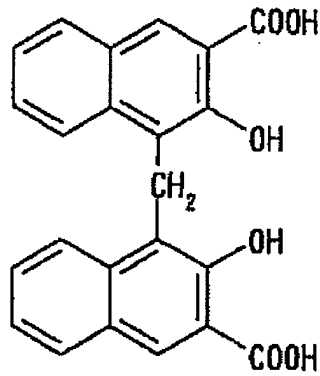
有機酸之具體實例包括(甲基)丙烯酸；具有約 1 至 20 個碳原子之飽和烴鏈的二元酸例如琥珀酸和己二酸；具有約 1 至 20 個碳原子之不飽和烴鏈的二元酸例如富馬酸、琥珀酸、檸檬酸(citraconic acid)和中康酸(mesaconic acid)；具有一酸性鹽胺基之環狀化合物例如巴比妥酸和氰尿酸；以及芳族羧酸例如桂皮酸、二羥基桂皮酸：

[化學式 2]



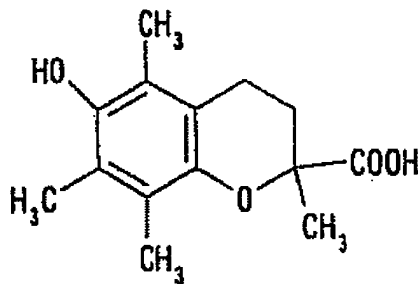
、苯甲酸、水楊酸、雙羥萘酸(pamoic acid)：

[化學式 3]



以及 Trolox ((±)-6-羥基-2,5,7,8-四甲基色烷-2-羧酸)：

[化學式 4]



這些之中，較佳為巴比妥酸、富馬酸和 Trolox，以及最佳為巴比妥酸。

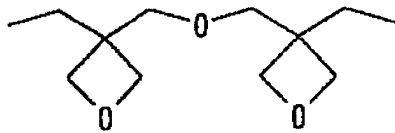
就 100 份重量比成分(a)而言，單組分環氧樹脂組成物內該有機酸之含量為 8 份重量比或更低，較佳為 0.05 至 5 份重量比，以及最佳為 0.1 至 3 份重量比。當該有機酸之含量超過 8 份重量比時，該單組分環氧樹脂組成物之固化性被降低。

本發明之單組分環氧樹脂組成物可另外含有公認的稀釋劑。可適當地使用具有一環氧基、乙烯醚、丁烷化合物和多元醇之化合物作為稀釋劑。此外，該具有一環氧基之化合物認為被含於該成分(a)內。

此類稀釋劑之特定實例包括脂族烷基-單縮水甘油或二縮水甘油醚例如環己烷二甲醇二縮水甘油醚、丁基縮水甘油醚、2-乙基己基縮水甘油醚和烯丙基縮水甘油醚；烷基縮水甘油酯例如縮水甘

油丙烯酸甲酯和三級羧酸縮水甘油酯；氧化苯乙烯；芳族烷基單縮水甘油醚例如苯基縮水甘油醚、甲苯酚基縮水甘油醚、對第二丁基苯基縮水甘油醚和壬基苯基縮水甘油醚；四氫糠醇縮水甘油醚；單官能或多官能乙烯醚例如環己烷二甲醇二乙烯醚、三甘醇二乙烯醚和羥丁基二乙烯醚；通式  $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$  ( $n$  係 1 或以上及一般約 2 至 20 之整數) 代表之多元醇以及丁烷化合物係以下式為代表：

[化學式 5]



該稀釋劑係一任選成分以及就液態熱固化樹脂組成物之總量而言，其含量(除具有一環氧基化合物之外)為 0 至 40% 重量比以及較佳為 0 至 20% 重量比。

此外，在本發明中，其可能含有其他充填劑例如氧化矽和氧化鋁作為需要時的任選成分。通常，就含於該成分(a)至(d)以及若存在稀釋劑內 100 份重量比之樹脂成分而言，被混入的充填劑為 300 份重量比或更低。

本發明之組成物可進一步視需要含有一矽烷偶合劑、一著色劑、一表面活性劑、一儲存安定性、一增塑劑、一潤滑劑、一消泡劑，以及一均染劑。

該矽烷偶合劑無特定限制，以及其實例包括  $\gamma$ -胺丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -巰丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -甲基丙烯氧丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -縮水甘油醚氧基丙基三甲氧基矽烷、SH 6062、SZ 6030(分別製造自 Dow Corning Toray Silicone 公司)，以及 KBE 903、KBM 803(分別製造自 Shin-Etsu Chemical 公司)。

本發明之單組分環氧樹脂組成物係在極低固化溫度下於短時

間內被固化。在一較佳具體實施例中，該單組分環氧樹脂組成物之固化溫度為例如約 70°C 或更高，以及更佳為約 75°C 或更高。一固化時間視固化溫度而定，以及例如當該固化溫度為約 75°C 時該固化時間係於約 60 分鐘內及較佳為約 45 分鐘內。當固化溫度為約 100°C 時，該固化時間為約 20 分鐘內以及較佳為約 10 分鐘內。

可降低本發明單組分環氧樹脂組成物之黏度，以及該單組分環氧樹脂組成物具有極佳的可加工性、長期儲存期限以及耐儲存性。

因此，本發明之單組分環氧樹脂組成物具有廣泛用途例如作為半導體之密封劑以及玻璃接著應用例如用於顯示電激發光(EL)裝置之密封劑。

下文中，將藉由實例更詳細描述本發明，但是本發明非僅侷限於這些實例。此外，除非另有明述，實例中的單位例如代表數量之份數和%係以重量為基準。

### 【實施方式】

#### 實例 1

製備雙酚 A 型環氧樹脂(於 25°C 為液態(黏度 13000 至 17000 mPa•s)，環氧當量 175 至 190 g/eq.之 Nippon Kayaku 公司製造 "RE-310S")，含有一潛固化劑(Asahi Kasei 公司製造 "Novacure HX-3722")、烯丙基化酚系酚醛樹脂(於 25°C 為液態(黏度 2000±1000 mPa•s)，環氧當量 141±2 g/eq.之 Meiwa 塑料工業公司製造 "MEH 8000H")、矽烷偶合劑( $\gamma$ -縮水甘油醚氧基丙基三甲氧基矽烷)和有機酸(巴比妥酸)之組成物以及根據表 1 所示混合比例均質地混合這些原料以製備該單組分環氧樹脂組成物。

Asahi Kasei 公司製造 "Novacure HX-3722" 係一種含有潛固化劑之組成物。"Novacure HX-3722" 內之潛固化劑含量為 30 至 40%

重量比。

接著，依下列方法測定該經獲得可固化樹脂組成物之性能。  
其測定結果示於表 1。

### 黏度

藉由 HAAKE AG 所製造之黏度計 PK 100(錐 1、2)測定其黏度。

### 儲存期限

運用黏度增加至因數 2 之前的經過時間作為其儲存期限。

### 模數

利用 DMA 法測定其模數。

### 玻璃轉變溫度(Tg)

利用 DMA 法測定其玻璃轉變溫度。

### 黏合強度

將該單組分環氧樹脂組成物塗佈於一玻璃基板上，以及於 100 °C 固化該基板。然後，測定該經固化樹脂之剪斷接著力。

### 實例 2

除了改變表 1 所示各原料含量值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

### 實例 3

除了使用 0.4 份硼酸三乙酯代替巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

### 實例 4

除了未使用巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

### 實例 5

除了改變表 1 所示各原料含量值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

#### **比較實例 1**

除了未使用烯丙基化酚系酚醛樹脂和巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

當未使用該液態酚系酚醛樹脂作為環氧樹脂之固化劑以及使用潛固化劑時需要較長固化時間。

#### **比較實例 2**

除了各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

當未使用該優勢液態酚系酚醛樹脂作為環氧樹脂之固化劑以及使用少量潛固化劑時，該經固化樹脂之模數和 Tg 將被降低。

表 1

組成物	實例					比較實例	
	1	2	3	4	5	1	2
液態環氧樹脂 <sup>1)</sup> (份重量比)	48.5 (100)	48.5 (100)	48.6 (100)	49.0 (100)	48.5 (100)	49.0 (100)	48.5 (100)
矽烷偶合劑	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
液態酚系樹脂 <sup>2)</sup> (份重量比)	2.0 (4.1)	5.0 (10.3)	5.0 (10.2)	5.0 (10.2)	10.0 (20.6)		40.0 (82.4)
含潛固化劑組成物 <sup>3)</sup>	48.0	45.0	45.0	45.0	40.0	50.0	10.0
巴比妥酸	0.5	0.5			0.5		0.5
硼酸三乙酯			0.4				
黏度(mPas/25°C)	24700	21900	25500	27000	25600	27200	15100
儲存期限(天)	>14	>14	>14	7	>14	>14	>14
固化時間(分鐘@ 100°C)							
轉換率 50%	4.18	4.20	4.48	4.17	5.22	4.90	14.3
轉換率 90%	5.99	5.68	6.22	5.92	6.81	9.14	37.1
轉換率 95%	6.53	6.07	6.92	6.91	7.74	11.0	46.2
轉換率 99%	7.38	6.75	8.72	10.9	11.7	16.1	64.4
模數(GPa)	3.41	3.25	3.32	3.49	3.36	3.42	2.73
Tg(°C), DMA	154	151	152	152	146	159	81
黏合強度(N/mm <sup>2</sup> )	14.0	13.9	14.1	13.8	13.6	13.2	14.5

1) Nippon Kayaku 公司製造"RE-310S"

2) Meiwa 塑料工業公司製造"MEH 8000H"

3) Asahi Kasei 公司製造"Novacure HX-3722"

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100140233

※申請日：100.11.4 ※IPC 分類：

一、發明名稱：(中文/英文)

單組分環氧樹脂組成物

One Component Epoxy Resin Composition

二、中文發明摘要：

提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中，其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

一種單組分環氧樹脂組成物含有(a) 100份重量比之液態環氧樹脂；(b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及(c) 不超過30份重量比之液態酚系樹脂。

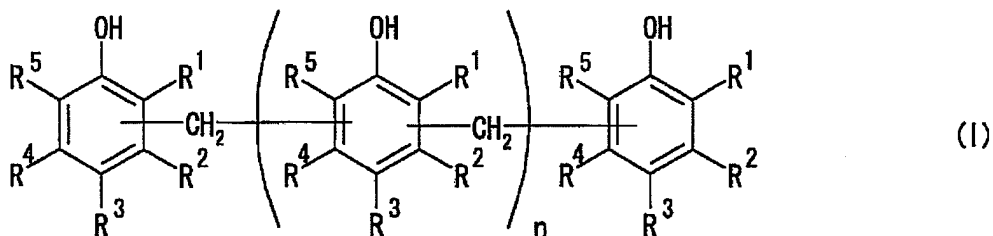
三、英文發明摘要：

To provide a one component epoxy resin composition having a high curing property, wherein a cured resin thereof exhibits a physical strength equal to that in the case where a latent curing agent is predominantly used.

A one component epoxy resin composition comprising (a) 100 parts by weight of liquid epoxy resin; (b) suitable amounts for curing the liquid epoxy resin of a latent curing agent; and (c) not more than 30 parts by weight of liquid phenol resin.

## 七、申請專利範圍：

1. 一種單組分環氧樹脂組成物含有：
  - (a) 100 份重量比之液態環氧樹脂；
  - (b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及
  - (c) 不超過 30 份重量比之液態酚系樹脂。
2. 根據申請專利範圍第 1 項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑之含量為 5 至 50 份重量比。
3. 根據申請專利範圍第 1 項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑之含量為 10 至 35 份重量比。
4. 根據申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態酚系樹脂之含量為 0.1 至 25 份重量比。
5. 根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態環氧樹脂包含至少一選自由雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、兒茶酚和間苯二酚所構成之群組。
6. 根據申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑包含至少一種選自由胺/咪唑化合物以及其加合物所構成之群組。
7. 根據申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態酚系樹脂包含下式代表之酚系酚醛樹脂：



其中， $R^1$  至  $R^5$  各獨立代表 H、具有 1 至 3 個碳原子之烷基或烯丙基， $R^1$  至  $R^5$  於不同苯環上分別代表不同意義。

8. 根據申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項所述之單組分環氧樹脂

組成物，其中，該單組分環氧樹脂組成物進一步包含至少一選自由巴比妥酸和硼酸酯作為安定劑所構成之群組。

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 ( ) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：100140&gt;33

C08L63/52 (2006.01)

※ 申請日：

※IPC 分類：

G16 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

C08G59/40 (2006.01)

單組分環氧樹脂組成物

G16 (2006.01)

One Component Epoxy Resin Composition

二、中文發明摘要：

提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中，其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

一種單組分環氧樹脂組成物含有(a) 100份重量比之液態環氧樹脂；(b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及(c) 不超過30份重量比之液態酚系樹脂。

三、英文發明摘要：

To provide a one component epoxy resin composition having a high curing property, wherein a cured resin thereof exhibits a physical strength equal to that in the case where a latent curing agent is predominantly used.

A one component epoxy resin composition comprising (a) 100 parts by weight of liquid epoxy resin; (b) suitable amounts for curing the liquid epoxy resin of a latent curing agent; and (c) not more than 30 parts by weight of liquid phenol resin.

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種單組分環氧樹脂組成物，以及尤指利用潛固化劑之一單組分環氧樹脂組成物。

### 【先前技術】

環氧樹脂由於就力學性質、電氣性質、熱性質、抗化學腐蝕性質和黏合性質而言其固化產物具有極佳性能而已被廣泛應用於例如塗料、電和電子絕緣材料以及黏合劑。特別於近年來，為了改善電子材料應用上之產率而需要具有極佳固化性質和儲存安定性之單組分環氧樹脂組成物。

此處已建議許多單組分環氧樹脂組成物。以一單組分環氧樹脂組成物為例，該單組分環氧樹脂組成物係使用潛固化劑例如雙氰胺、 $\text{BF}_3$ -胺錯合物、胺鹽或經修飾之咪唑化合物作為固化劑。例如，專利文件 1 中描述一種藉由微膠囊化胺化合物和含作為固化劑之潛固化劑的單組分環氧樹脂組成物所製備之潛固化劑。

然而，這些極佳儲存安定性之習知潛固化劑具有低固化性以及需要在高溫或長時間進行固化。例如，含有雙氰胺之單組分環氧樹脂組成物在環境溫度中具有六個月或更長之儲存安定性，但是其需要  $170^\circ\text{C}$  或更高的固化溫度。

此外，專利文件 2 中描述一種含有優勢液態酚系樹脂作為固化劑以及用於混合該固化劑之潛固化劑的單組分環氧樹脂組成物。此單組分環氧樹脂組成物具有高固化性質並且同時具有極佳儲存安定性。然而，利用優勢液態酚系樹脂作為固化劑時，其係藉由固化該組成物獲得樹脂機械強度，亦即與利用優勢潛固化劑比較時可能有較少之經固化樹脂。

[專利文件 1]日本專利早期公開案號 2010-53353

[專利文件 2]日本專利早期公開案號 2004-27159

**【發明內容】**

本發明已可解決上述的問題，以及本發明之目的係提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

本發明提供一種單組分環氧樹脂組成物含有：

- (a) 100 份重量比之液態環氧樹脂；
- (b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量粉末潛固化劑；以及
- (c) 不超過 30 份重量比之液態酚系樹脂。

在一具體實施例中，該潛固化劑之含量為 5 至 50 份重量比。

在一具體實施例中，該潛固化劑之含量為 10 至 35 份重量比。

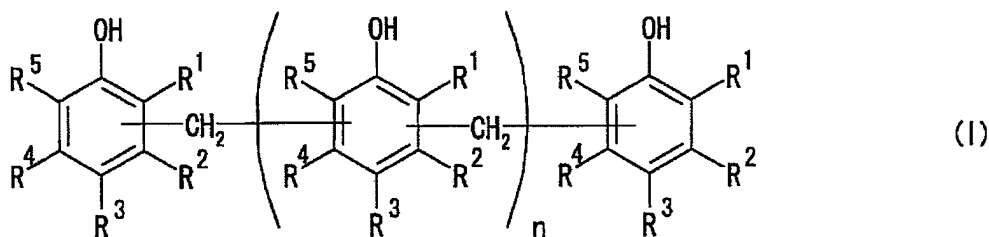
在一具體實施例中，該液態酚系樹脂之含量為 0.1 至 25 份重量比。

在一具體實施例中，該液態環氧樹脂組成物包含至少一選自由雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、兒茶酚(catechol)和間苯二酚所構成之群組。

在一具體實施例中，該潛固化劑包含至少一種選自由胺化合物、咪唑化合物以及其加合物所構成之群組。

在一具體實施例中，該液態酚系樹脂包含下式代表之酚系醌醛樹脂：

[化學式 1]



其中， $R^1$  至  $R^5$  各獨立代表 H、具有 1 至 3 個碳原子之烷基或烯丙

基，以及  $n$  代表 0 至 3 之整數。 $R^1$  至  $R^5$  於不同苯環上分別代表不同意義。

在一具體實施例中，該單組分環氧樹脂組成物進一步包含至少一選自由巴比妥酸和硼酸酯作為安定劑所構成之群組。

本發明之單組分環氧樹脂組成物具有高固化性質以及其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

上述成分(a)之液態環氧樹脂於室溫或  $25^{\circ}\text{C}$  時為液體。該液態環氧樹脂由一類環氧樹脂所組成，或可為二或多類環氧樹脂之混合物。

該液態環氧樹脂類型之實例包括雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、脂環族環氧樹脂、烯丙基雙酚型環氧樹脂及其混合物。然而，若該成分(a)所形成混合物為液體時可依需要使用固態環氧樹脂混合該液態環氧樹脂。

液態環氧樹脂之特定實例包括 Tohto Kasei 公司製造之雙酚 F 型環氧樹脂 EPOTOHTO YDF-8170(環氧當量 158 g/eq)、Dow 氏化學公司製造之 DER-332(環氧當量 170 g/eq)以及日本環氧樹脂公司製造之雙酚 A 型環氧樹脂 YL 980 和 YL 983U(環氧當量 170 g/eq)，及 DAICEL 化學工業公司製造之脂環族環氧樹脂 CELLOXIDE 2021(環氧當量 135 g/eq)。

作為成分(b)之潛固化劑時，該一或多類潛固化劑可選自一般市售潛固化劑及被使用。明確而言，以胺基潛固化劑較佳，以及胺基潛固化劑之實例包括具有潛在性質之目前已知胺化合物以及經修飾之胺例如胺加合物。該經修飾之胺包括以胺修飾之產品(表面轉變成加合物)之外殼包圍胺化合物(或胺加合物)核心表面的一核殼型固化劑，以及其核殼型固化劑與環氧樹脂呈混合狀態之色母粒型固化劑。

具有潛在性質胺化合物之實例包括一級芳香胺例如二胺基二苯化甲烷和二胺二苯砜；咪唑例如 2-十七烷基咪唑、1-氰乙基-2-十一基咪唑偏苯三甲酸酯、2,4-二胺基-6-[2-甲基咪唑基-(1)]-乙基-S-三氮雜苯、1-十二烷基-2-甲基-3-苄基氯化咪唑、2-咪唑異氰酸苯酯和 2-苯基-4-甲基-5-羥甲基咪唑；三氟化硼-胺錯合物；雙氰胺衍生物例如雙氰胺(dicyandiamide)、鄰甲苯基二脒和  $\alpha$ -2,5-甲基二脒；有機酸醯肼例如琥珀酸二醯肼和己二酸二醯肼；二胺基順丁烯腈和其衍生物；以及三聚氰胺衍生物例如三聚氰胺和二丙烯三聚氰胺。

一般而言，該潛固化劑是為一粉末狀固體。

胺加合物係一胺化合物與一環氧化合物、一異氰酸酯化合物及/或一尿素化合物的反應產物。

用於製造胺加合物之胺化合物可為具有於一分子內與一環氧基、一異氰酸基或一尿素化合物產生加合反應之一或多個活性氫以及具有一分子內選自一級胺基、二級胺基或三級胺基之至少一個取代基的化合物。此類胺化合物之實例包括二伸乙三胺、三伸乙四胺、正丙胺、2-羥乙基胺丙胺、環己胺、二甲基胺丙胺、二丁基胺丙胺、二甲基胺乙胺、二乙基胺乙胺和 N-甲基哌井；分子內含三級胺基之一級或二級胺包括咪唑化合物例如 2-甲基咪唑、2-乙基咪唑、2-乙基-4-甲基咪唑和 2-苯基咪唑；分子內含三級胺基之醇、酚、硫醇、羧酸和醯肼例如 2-二甲基胺乙醇、1-甲基-2-二甲基胺乙醇、1-苯氧甲基-2-二甲基胺乙醇、2-二乙基胺乙醇、1-丁氧甲基-2-二甲基胺乙醇、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-乙基-4-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-乙基-4-甲基咪唑、1-(2-羥基-3-苯氧丙基)-2-苯基咪唑、1-(2-羥基-3-丁氧丙基)-2-苯基咪

唑、2-(二甲基胺甲基)酚、2,4,6-三(二甲基胺甲基)酚、N-β-羥乙基嗎啉、2-二甲基胺乙硫醇、2-巰吡啶、2-巰基苯并咪唑、2-巰基苯并噻唑、4-巰基吡啶、N,N-二甲基胺苯甲酸、N,N-二甲基甘胺酸、菸鹼酸、異菸鹼酸、吡啶甲酸(picolinic)、N,N-二甲基甘胺醯肼、N,N-二甲基丙酸醯肼、菸鹼酸醯肼和異菸鹼酸醯肼。

此外，被用於製造胺加合物原料之環氧化合物的實例包括藉由多元酚例如雙酚 A、雙酚 F、兒茶酚和間苯二酚，或多元醇例如甘油和聚乙二醇與表氯醇(epichlorohydrin)反應所獲得之聚縮水甘油醚；藉由羥基羧酸例如對羥基苯甲酸和 β-羥基萘甲酸與表氯醇反應所獲得之縮水甘油醚酯；藉由多元羧酸例如酞酸和對酞酸與表氯醇反應所獲得之聚縮水甘油酯；從 4,4'-二胺基二苯化甲烷和間胺基酚獲得之縮水甘油胺化合物；多官能環氧化合物例如環氧化酚系酚醛樹脂、環氧化甲酚酚醛樹脂和環氧化聚烯烴；以及單官能環氧化合物例如丁基縮水甘油醚、苯基縮水甘油醚和縮水甘油甲基丙烯酸酯。

由於異氰酸酯化合物係用於製造胺加合物之原料，而可使用單官能異氰酸酯化合物例如異氰酸正丁酯、異氰酸異丙酯、異氰酸苯酯和異氰酸苄酯；多官能異氰酸酯化合物例如二異氰酸六亞甲酯、二異氰酸甲伸苯酯、1,5-二異氰酸萘、二苯基甲烷-4,4'-二異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯(isophorone diisocyanate)、二異氰酸荏酯(xylylene diisocyanate)、二異氰酸對亞苯基酯、1,3,6-三異氰酸六亞甲酯和雙環庚烷三異氰酸酯；以及可使用於其端部含異氰酸酯基之化合物，其係獲得自上述多官能異氰酸酯化合物與活性氫化合物之反應，以及此類化合物之實例包括於其端部具有一異氰酸酯基之藉由二異氰酸伸甲苯酯與三甲醇丙烷反應獲得的加成反應產物。

用於製造胺加合物之尿素化合物原料的實例包括尿素、磷酸脲、草酸脲、乙酸脲、二乙醯脲、二苯甲醯脲和三甲基脲。

市售胺加合物之典型實例包括胺環氧加合物例如 "ADEKA HARDENER H-3613S"(Asahi Denka 公司商品名)、"ADEKA HARDENER H-3293S"(Asahi Denka 公司商品名)、"AMICURE PN-23"(Ajinomoto 公司商品名)、"AMICURE MY-24"(Ajinomoto 公司商品名)、"CUREDUCT P-0505"(SHIKOKU 化學公司商品名)；尿素型加合物例如 "FUJICURE FXE-1000"(Fuji Kasei Kogyo 公司商品名)和 "FUJICURE FXR-1036"(Fuji Kasei Kogyo 公司商品名)。

此外，藉由酸化化合物例如羧酸化合物和磺酸化合物、異氰酸酯化合物或環氧化合物進一步處理胺化合物(或胺加合物)表面以於該表面上形成改良產品(加合物等)之外殼而獲得該核-殼型固化劑。此外，該色母粒型固化劑係與環氧樹脂呈混合狀態之核殼型固化劑。

市售色母粒型固化劑之實例包括 "Novacure HX-3722"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)、"Novacure HX-3742"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)、"Novacure HX-3613"(Asahi Kasei 樹脂公司商品名)等。

上述成分(c)之液態酚系樹脂於室溫，即 25°C 時為液體。該液態酚系樹脂由一類酚系樹脂所組成，或可為二或多類酚系樹脂之混合物。

一類液態酚系樹脂之實例包括烯丙基化酚系酚醛樹脂、二烯丙基化雙酚 A、乙烯基化酚、二烯丙基化雙酚 F，以及其於 25°C 為液態之混合物。該液態酚系樹脂之羥基當量通常為 80 至 200 g/eq.。

此外，上述式(I)代表之酚系酚醛樹脂亦較佳為液態環氧樹脂。

式(I)中， $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H、具有1至5個碳原子之烷基或烯丙基，以及n代表0或更多之整數。 $R^1$ 至 $R^5$ 於不同苯環上分別代表不同意義。例如，最左側苯環上之 $R^3$ 可為H以及最右側苯環上之 $R^3$ 可為一烯丙基。該液態酚系樹脂較佳為一烯丙基化酚系酚醛樹脂，其 $R^1$ 至 $R^5$ 至少一代表於至少一苯環上之一烯丙基。

一較佳液態酚系樹脂係式(I)代表之酚系酚醛樹脂，其中 $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H、具有1至3(較佳為1或2)個碳原子之烷基或烯丙基，以及n係0至3之整數。

該最佳液態酚系樹脂係式(I)代表之酚系酚醛樹脂，其中 $R^1$ 至 $R^5$ 各獨立代表H或烯丙基，以及n係0至3之整數，以及其至少於部分苯環上具有該烯丙基。此類烯丙基化酚系酚醛樹脂已知為Meiwa 塑料工業公司製造之MEH 8000(羥基當量 141 g/eq.)、MEH 8005(羥基當量 135 g/eq.)、MEH 8010(羥基當量 130 g/eq.)和MEH 8015(羥基當量 134 g/eq.)。

藉由混合該成分(a)至(c)，以及需要時之公認官能成分例如適量之安定劑、稀釋劑和充填劑可獲得本發明之單組分環氧樹脂組成物。可於室溫，或加熱至固化溫度或更低溫度進行該成分之混合。混合裝置係使用混合機(kneader)或攪拌機。

接著，將敘述單組分環氧樹脂組成物內成分(a)至(c)之含量。成分(b)含量為適用於固化該成分(a)之含量。成分(a)之固化指固化該成分(a)而使經固化樹脂之機械強度高於預期用途所需之意。此時，該經固化樹脂之較佳機械強度可被認為約等於使用優勢潛固化劑時。

成分(b)之含量通常決定於經驗法則。就100份重量比成分(a)而言，該成分(b)之含量通常為50至100份重量比以及較佳為80至120份重量比。當該成分(b)之含量超出上述範圍時，該經固化

基材聚合物，而選擇地僅溶解去除對象聚合物之溶劑，聚合物合金系的選擇幅度係非常窄。專利文獻 3 中記載作為聚甲基丙烯酸甲酯的合金系之若干組合，但沒有記載容易去除聚合物之合金系。

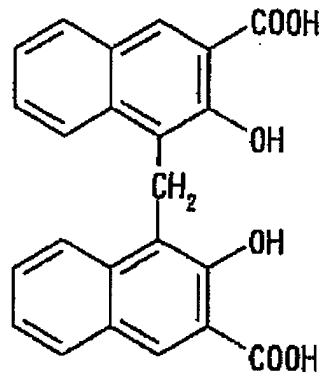
又，非專利文獻 1 中係如前述，報告聚甲基丙烯酸甲酯即使在熔融捏合時也形成立體複合物，其熔點成為 200°C 以上，因此若形成立體複合物，則不僅熔融捏合變困難，而且部分地發生未熔融部分，發生無法得到均勻的熔融捏合合金之問題。由如此般不均勻合金來得到均勻的多孔體當然是不可能。基於如此的狀況，迫切希望得到表面開孔率高且生產性高的聚甲基丙烯酸甲酯多孔體之方法。

本發明之課題係在於活用高的表面開孔率與微細且均勻的多孔構造，可適用作為人造腎臟等之血液成分分離膜或血液淨化管柱等的吸附劑，可在奈米級至微米級控制孔徑之以聚甲基丙烯酸甲酯為主成分的多孔體及其製造方法。

#### 解決問題的手段

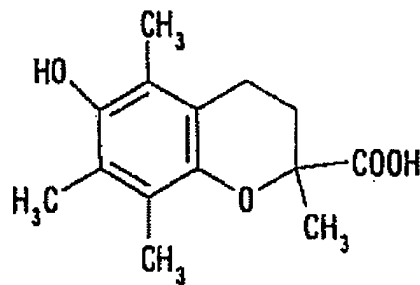
本發明的多孔體，為了解決上述問題，具有以下的構成。即，具有連續孔，孔徑為 0.001 $\mu\text{m}$  以上 500 $\mu\text{m}$  以下，至少一個表面的開孔率為 10% 以上 80% 以下之以聚甲基丙烯酸甲酯為主成分的多孔體。

本發明的分離膜，為了解決上述問題，具有以下的構成。即，由上述多孔體所成的分離膜。



以及 Trolox ((±)-6-羥基-2,5,7,8-四甲基色烷-2-羧酸)：

[化學式 4]



這些之中，較佳為巴比妥酸、富馬酸和 Trolox，以及最佳為巴比妥酸。

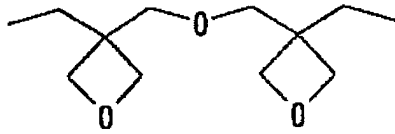
就 100 份重量比成分(a)而言，單組分環氧樹脂組成物內該有機酸之含量為 8 份重量比或更低，較佳為 0.05 至 5 份重量比，以及最佳為 0.1 至 3 份重量比。當該有機酸之含量超過 8 份重量比時，該單組分環氧樹脂組成物之固化性被降低。

本發明之單組分環氧樹脂組成物可另外含有公認的稀釋劑。可適當地使用具有一環氧基、乙烯醚、丁烷化合物和多元醇之化合物作為稀釋劑。此外，該具有一環氧基之化合物認為被含於該成分(a)內。

此類稀釋劑之特定實例包括脂族烷基-單縮水甘油或二縮水甘油醚例如環己烷二甲醇二縮水甘油醚、丁基縮水甘油醚、2-乙基己基縮水甘油醚和烯丙基縮水甘油醚；烷基縮水甘油酯例如縮水甘

油丙烯酸甲酯和三級羧酸縮水甘油酯；氧化苯乙烯；芳族烷基單縮水甘油醚例如苯基縮水甘油醚、甲苯酚基縮水甘油醚、對第二丁基苯基縮水甘油醚和壬基苯基縮水甘油醚；四氫糠醇縮水甘油醚；單官能或多官能乙烯醚例如環己烷二甲醇二乙烯醚、三甘醇二乙烯醚和羥丁基二乙烯醚；通式  $H-(OCH_2CH_2)_n-OH$  ( $n$  係 1 或以上及一般約 2 至 20 之整數) 代表之多元醇以及該丁烷化合物係以下式為代表：

[化學式 5]



該稀釋劑係一任選成分以及就液態熱固化樹脂組成物之總量而言，其含量(除具有一環氧基化合物之外)為 0 至 40% 重量比以及較佳為 0 至 20% 重量比。

此外，在本發明中，其可能含有其他充填劑例如氧化矽和氧化鋁作為需要時的任選成分。通常，就含於該成分(a)至(d)以及若存在稀釋劑內 100 份重量比之樹脂成分而言，被混入的充填劑為 300 份重量比或更低。

本發明之組成物可進一步視需要含有一矽烷偶合劑、一著色劑、一表面活性劑、一儲存安定性、一增塑劑、一潤滑劑、一消泡劑，以及一均染劑。

該矽烷偶合劑無特定限制，以及其實例包括  $\gamma$ -胺丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -胺丙基三乙氧矽烷、 $\gamma$ -巰丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -甲基丙烯氧丙基三甲氧矽烷、 $\gamma$ -縮水甘油醚氧基丙基三甲氧基矽烷、SH 6062、SZ 6030(分別製造自 Dow Corning Toray Silicone 公司)，以及 KBE 903、KBM 803(分別製造自 Shin-Etsu Shilicone 公司)。

本發明之單組分環氧樹脂組成物係在極低固化溫度下於短時

間內被固化。在一較佳具體實施例中，該單組分環氧樹脂組成物之固化溫度為例如約 70°C 或更高，以及更佳為約 75°C 或更高。一固化時間視固化溫度而定，以及例如當該固化溫度為約 75°C 時該固化時間係於約 60 分鐘內及較佳為約 45 分鐘內。當固化溫度為約 100°C 時，該固化時間為約 20 分鐘內以及較佳為約 10 分鐘內。

可降低本發明單組分環氧樹脂組成物之黏度，以及該單組分環氧樹脂組成物具有極佳的可加工性、長期儲存期限以及耐儲存性。

因此，本發明之單組分環氧樹脂組成物具有廣泛用途例如作為半導體之密封劑以及玻璃接著應用例如用於顯示電激發光(EL)裝置之密封劑。

下文中，將藉由實例更詳細描述本發明，但是本發明非僅侷限於這些實例。此外，除非另有明述，實例中的單位例如代表數量之份數和%係以重量為基準。

### 【實施方式】

#### 實例 1

製備雙酚 A 型環氧樹脂(於 25°C 為液態(黏度 13000 至 17000 mPa•s)，環氧當量 175 至 190 g/eq.之 Nippon Kayaku 公司製造 "RE-310S")，含有一潛固化劑(Asahi Kasei 公司製造 "Novacure HX-3722")、烯丙基化酚系酚醛樹脂(於 25°C 為液態(黏度 2000±1000 mPa•s)，環氧當量 141±2 g/eq.之 Meiwa 塑料工業公司製造 "MEH 8000H")、矽烷偶合劑( $\gamma$ -縮水甘油醚氧基丙基三甲氧基矽烷)和有機酸(巴比妥酸)之組成物以及根據表 1 所示混合比例均質地混合這些原料以製備該單組分環氧樹脂組成物。

Asahi Kasei 公司製造 "Novacure HX-3722" 係一種含有潛固化劑之組成物。"Novacure HX-3722" 內之潛固化劑含量為 30 至 40%

重量比。

接著，依下列方法測定該經獲得可固化樹脂組成物之性能。其測定結果示於表 1。

#### 黏度

藉由 HAAKE AG 所製造之黏度計 PK 100(錐 1、2)測定其黏度。

#### 儲存期限

運用黏度增加至因數 2 之前的經過時間作為其儲存期限。

#### 模數

利用 DMA 法測定其模數。

#### 玻璃轉變溫度(Tg)

利用 DMA 法測定其玻璃轉變溫度。

#### 黏合強度

將該單組分環氧樹脂組成物塗佈於一玻璃基板上，以及於 100 °C 固化該基板。然後，測定該經固化樹脂之剪斷接著力。

#### 實例 2

除了改變表 1 所示各原料含量值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

#### 實例 3

除了使用 0.4 份硼酸三乙酯代替巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

#### 實例 4

除了未使用巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

#### 實例 5

除了改變表 1 所示各原料含量值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

### 比較實例 1

除了未使用烯丙基化酚系酚醛樹脂和巴比妥酸以及各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

當未使用該液態酚系酚醛樹脂作為環氧樹脂之固化劑以及使用潛固化劑時需要較長固化時間。

### 比較實例 2

除了各原料含量變成使用表 1 所示值之外依照實例 1 相同方法製備一可固化樹脂組成物，以及測定其性能。其測量結果示於表 1。

當未使用該優勢液態酚系酚醛樹脂作為環氧樹脂之固化劑以及使用少量潛固化劑時，該經固化樹脂之模數和 Tg 將被降低。

表 1

組成物	實例					比較實例	
	1	2	3	4	5	1	2
液態環氧樹脂 <sup>1)</sup> (份重量比)	48.5 (100)	48.5 (100)	48.6 (100)	49.0 (100)	48.5 (100)	49.0 (100)	48.5 (100)
矽烷偶合劑	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
液態酚系樹脂 <sup>2)</sup> (份重量比)	2.0 (4.1)	5.0 (10.3)	5.0 (10.2)	5.0 (10.2)	10.0 (20.6)		40.0 (82.4)
含潛固化劑組成物 <sup>3)</sup>	48.0	45.0	45.0	45.0	40.0	50.0	10.0
巴比妥酸	0.5	0.5			0.5		0.5
硼酸三乙酯			0.4				
黏度(mPas/25°C)	24700	21900	25500	27000	25600	27200	15100
儲存期限(天)	>14	>14	>14	7	>14	>14	>14
固化時間(分鐘@ 100°C)							
轉換率 50%	4.18	4.20	4.48	4.17	5.22	4.90	14.3
轉換率 90%	5.99	5.68	6.22	5.92	6.81	9.14	37.1
轉換率 95%	6.53	6.07	6.92	6.91	7.74	11.0	46.2
轉換率 99%	7.38	6.75	8.72	10.9	11.7	16.1	64.4
模數(GPa)	3.41	3.25	3.32	3.49	3.36	3.42	2.73
Tg(°C), DMA	154	151	152	152	146	159	81
黏合強度(N/mm <sup>2</sup> )	14.0	13.9	14.1	13.8	13.6	13.2	14.5

1) Nippon Kayaku 公司製造"RE-310S"

2) Meiwa 塑料工業公司製造"MEH 8000H"

3) Asahi Kasei 公司製造"Novacure HX-3722"

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：100140&gt;33

C08L63/52 (2006.01)

※ 申請日：

※IPC 分類：

G166 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

C08G59/40 (2006.01)

單組分環氧樹脂組成物

59/50 (2006.01)

One Component Epoxy Resin Composition

二、中文發明摘要：

提供一種具有高固化性質之單組分環氧樹脂組成物，其中，其經固化樹脂展現於使用優勢潛固化劑時相同之機械強度。

一種單組分環氧樹脂組成物含有(a) 100份重量比之液態環氧樹脂；(b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及(c) 不超過30份重量比之液態酚系樹脂。

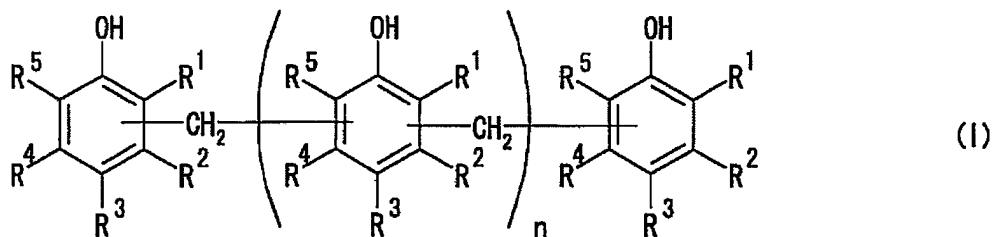
三、英文發明摘要：

To provide a one component epoxy resin composition having a high curing property, wherein a cured resin thereof exhibits a physical strength equal to that in the case where a latent curing agent is predominantly used.

A one component epoxy resin composition comprising (a) 100 parts by weight of liquid epoxy resin; (b) suitable amounts for curing the liquid epoxy resin of a latent curing agent; and (c) not more than 30 parts by weight of liquid phenol resin.

## 七、申請專利範圍：

1. 一種單組分環氧樹脂組成物含有：
  - (a) 100 份重量比之液態環氧樹脂；
  - (b) 用於固化該液態環氧樹脂之適量潛固化劑；以及
  - (c) 不超過 30 份重量比之液態酚系樹脂。
2. 根據申請專利範圍第 1 項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑之含量為 5 至 50 份重量比。
3. 根據申請專利範圍第 1 項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑之含量為 10 至 35 份重量比。
4. 根據申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態酚系樹脂之含量為 0.1 至 25 份重量比。
5. 根據申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態環氧樹脂包含至少一選自由雙酚 A 型環氧樹脂、雙酚 F 型環氧樹脂、兒茶酚和間苯二酚所構成之群組。
6. 根據申請專利範圍第 1 至 5 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該潛固化劑包含至少一種選自由胺化合物、咪唑化合物以及其加合物所構成之群組。
7. 根據申請專利範圍第 1 至 6 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該液態酚系樹脂包含下式代表之酚系酚醛樹脂：



其中， $R^1$  至  $R^5$  各獨立代表 H、具有 1 至 3 個碳原子之烷基或烯丙基，以及  $n$  代表 0 至 3 之整數， $R^1$  至  $R^5$  於不同苯環上分別代表不同意義。

8. 根據申請專利範圍第 1 至 7 項中任一項所述之單組分環氧樹脂組成物，其中，該單組分環氧樹脂組成物進一步包含至少一選自由巴比妥酸和硼酸酯作為安定劑所構成之群組。

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 ( ) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：