



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0157650
(43) 공개일자 2024년11월01일

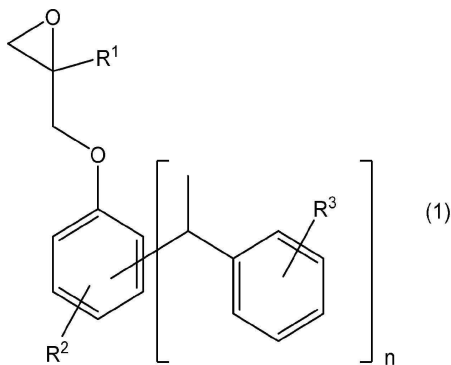
<p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08L 63/00 (2006.01) C08G 59/22 (2006.01) C08G 59/50 (2006.01) C09J 11/06 (2006.01) C09J 163/00 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류 C08L 63/00 (2013.01) C08G 59/223 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2024-7026250</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2023년03월03일 심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2024년08월05일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/008106</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2023/171572 국제공개일자 2023년09월14일</p> <p>(30) 우선권주장 JP-P-2022-036282 2022년03월09일 일본(JP)</p>	<p>(71) 출원인 가부시키키가이샤 아데카 일본국 도쿄도 아라카와구 히가시오구 7초메 2반 35고</p> <p>(72) 발명자 미와, 타쿠야 일본국 도쿄도 아라카와구 히가시오구 7초메 2반 35고 가부시키키가이샤 아데카 내 하세가와, 유키 일본국 도쿄도 아라카와구 히가시오구 7초메 2반 35고 가부시키키가이샤 아데카 내 타마소, 켄이치 일본국 도쿄도 아라카와구 히가시오구 7초메 2반 35고 가부시키키가이샤 아데카 내</p> <p>(74) 대리인 윤앤리특허법인(유한)</p>
---	---

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 1액형 에폭시 수지 조성물

(57) 요약

본 발명의 목적은 에폭시 수지 본래의 성능을 가급적 떨어뜨리지 않고 점도를 저감시킬 수 있고 또한 접착성 및 저장 안정성 등의 새로운 부여 효과를 줄 수 있는 반응성 희석제를 포함하는 에폭시 수지 조성물을 제공하는 것에 있다. 본 발명은 (A)성분: 하기 일반식(1)로 표현되는 화합물, (B)성분: 에폭시 수지 및 (C)성분: 아민계 경화제를 포함하는 1액형 에폭시 수지 조성물이다. 상기 일반식 (1)에서, R¹은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R² 및 R³은 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자 수 1~6의 알킬기 또는 탄소 원자 수 1~6의 알콕시기를 나타내며, n은 1~3의 정수를 나타낸다.



(52) CPC특허분류

C08G 59/5073 (2013.01)

C09J 11/06 (2013.01)

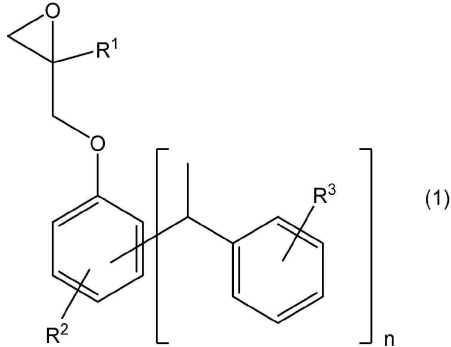
C09J 163/00 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

(A)성분: 하기 일반식(1)로 표현되는 화합물, (B)성분: 에폭시 수지, 및 (C)성분: 아민계 경화제를 포함하는 1액형 에폭시 수지 조성물.



상기 일반식(1)에서, R¹은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R² 및 R³은 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자 수 1~6의 알킬기, 또는 탄소 원자 수 1~6의 알콕시기를 나타내며, n은 1~3의 정수를 나타낸다.

청구항 2

제1항에 있어서,

(A)성분과 (B)성분의 합계 질량에 대한 (A)성분의 질량이 1~50질량%인, 1액형 에폭시 수지 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

(C)성분이 디시안디아미드형 잠재성 경화제, 이미다졸형 잠재성 경화제, 폴리아민형 잠재성 경화제 및 폴리우레아형 잠재성 경화제 중에서 선택되는 적어도 1종을 포함하는, 1액형 에폭시 수지 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 1액형 에폭시 수지 조성물로 이루어지는 접착제.

청구항 5

제4항에 있어서,

기재(基材)끼리를 접합하기 위한 접착제로서, 상기 기재가 철, 알루미늄, 강(鋼), 구리, 마그네슘, 티탄 및 이들 금속과 다른 비(非)철금속의 합금으로 이루어지는 기재, 그리고 이들 기재를 니켈 도금 가공 또는 금 도금 가공한 것으로 이루어지는 군에서 선택되는, 접착제.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 1액형 에폭시 수지 조성물에 관한 것이고, 보다 상세하게는 특정 에폭시 화합물과, 에폭시 수지와, 아민계 경화제를 포함하는 1액형 에폭시 수지 조성물에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 에폭시 수지는 접착제, 도료, 전기 절연 재료, 토목 건축 재료 등의 폭넓은 용도에서 뛰어난 특성을 발휘한다. 비스페놀형 에폭시 수지 등으로 대표되는 범용적으로 사용되는 에폭시 수지는 점도가 높은 것이 많아, 사용하는

용도에 따라서는 작업성에 문제가 있는 경우가 있다. 작업성을 향상시키는 것으로는 가소제를 들 수 있는데, 에폭시 수지의 반응에 관여하지 않는 가소제는 경화시킨 후의 물성을 현저하게 저하시켜버리기 때문에, 에폭시기를 가지는 반응성 희석제가 병용되는 것이 많다.

[0003] 에폭시기를 가지는 반응성 희석제는 희석 전의 에폭시 수지의 여러 성능을 저감시키지 않는 것이 요구되고, 예를 들면 특허문헌 1 및 특허문헌 2에는 에폭시기를 2개 이상 가지며, 경화시킨 후의 경화물의 물성을 억제하여 수지의 점도를 저감하는 반응성 희석제가 제공되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 특개2006-083306호
(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 특개2004-231787호

발명의 내용

해결하려는 과제

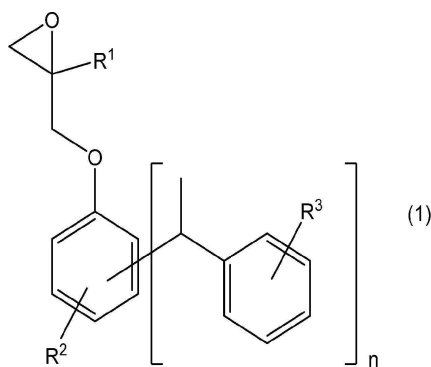
[0005] 하지만 상기 에폭시 수지가 사용되는 용도에서는 단지 에폭시 수지를 희석할 뿐만 아니라, 본래의 에폭시 수지의 성능에 부여 효과를 주는 것도 요구되고 있다. 또한, 반응성 희석제 중에는 에폭시 수지와 경화제를 병용한 경우의 에폭시 수지 조성물의 저장 안정성을 현저하게 저하시키는 것이 있다.

[0006] 따라서, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 에폭시 수지 본래의 성능을 가급적 떨어뜨리지 않고 점도를 저감시킬 수 있고, 또한 접착성이나 저장 안정성 등의 새로운 부여 효과를 줄 수 있는 반응성 희석제를 포함하는 에폭시 수지 조성물을 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 따라서 본 발명자들은 예의 검토하여 특정 에폭시 화합물과, 에폭시 수지와, 아민계 경화제를 포함하는 1액형 에폭시 수지 조성물을 발견하고, 본 발명에 이르렀다.

[0008] 즉, 본 발명은 (A)성분: 하기 일반식(1)로 표현되는 화합물, (B)성분: 에폭시 수지, 및 (C)성분: 아민계 경화제를 포함하는 1액형 에폭시 수지 조성물이다.



[0009]

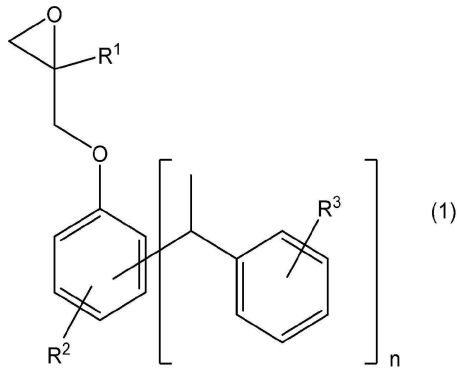
[0010] 상기 일반식(1)에서, R¹은 수소 원자, 또는 메틸기를 나타내고, R² 및 R³은 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자 수 1~6의 알킬기, 또는 탄소 원자 수 1~6의 알콕시기를 나타내며, n은 1~3의 정수를 나타낸다.

발명의 효과

[0011] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 저점도이며, 아민계 경화제를 병용한 경우의 저장 안정성이 뛰어나 종래의 기술에서 접착하기 어렵다고 여겨지는 금 및 엔지니어링 플라스틱 등에 대하여도 뛰어난 접착성을 가지기 때문에, 그와 같은 재료가 사용되는 전자 재료 용도에 적합하게 사용할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에서의 (A)성분은 하기 일반식(1)로 표현되는 화합물이다.



[0013]

[0014] 상기 일반식(1)에서, R¹은 수소 원자, 또는 메틸기를 나타내고, R² 및 R³은 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자 수 1~6의 알킬기, 또는 탄소 원자 수 1~6의 알콕시기를 나타내며, n은 1~3의 정수를 나타낸다.

[0015] 일반식(1)에서의 R¹은 반응성의 관점에서 수소 원자인 것이 바람직하다.

[0016] 일반식(1)에서의 R² 및 R³으로 표현되는 탄소 원자 수 1~6의 알킬기로는 메틸기, 에틸기, 프로필기, iso-프로필기, 부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, iso-부틸기, 아밀기, iso-아밀기, tert-아밀기 및 헥실기 등을 들 수 있다.

[0017] 또한, 일반식(1)에서의 R² 및 R³으로 표현되는 탄소 원자 수 1~6의 알콕시기로는 상기에 든 알킬기가 산소 원자에 결합한 기 등을 들 수 있다.

[0018] 일반식(1)에서의 R² 및 R³은 본 발명의 효과를 보다 발휘하기 쉽다는 관점에서 수소 원자, 또는 탄소 원자 수 1~4의 알킬기인 것이 바람직하고, 수소 원자인 것이 보다 바람직하다. 또한, R² 및 R³은 동일한 것이어도 되고 다른 것이어도 되지만, 본 발명의 효과를 보다 발휘하기 쉽다는 관점에서 동일한 것이 바람직하다.

[0019] 본 발명에서 사용하는 상기 일반식(1)로 표현되는 화합물의 제조 방법으로는 특별히 제한되는 것은 아니지만, 예를 들면 스티렌화페놀을 에피클로로히드린, 또는 메틸에피클로로히드린(이하, 에피클로로히드린 등이라고 함)에 의해 에폭시화하는 방법을 들 수 있다.

[0020] 스티렌화페놀은 페놀에 대하여 스티렌을 AlCl₃ 등의 산성 촉매 등을 병용하여 부가시키는 방법에 의해 얻을 수 있다. 페놀 1몰에 대한 스티렌의 부가 몰수를 조정함으로써, 일반식(1)로 표현되는 n의 수가 결정된다. 본 발명에서는 n은 1~3의 정수이며, 바람직하게는 1~2의 정수이다.

[0021] 또한, 일반식(1)로 표현되는 화합물은 n이 다른 화합물의 혼합물이어도 되며, 그 경우 저점도라는 관점에서는 n의 평균값이 1.2~1.5인 것이 바람직하다. 또한, 높은 점착성을 발현한다는 관점에서는 n의 평균값이 2.8~3.0인 것이 바람직하다. 또한, 저점도와 고점착성의 양립이라는 관점에서는 n의 평균값이 2.2~2.6인 것이 바람직하다.

[0022] 스티렌화페놀에 대하여 에피클로로히드린 등을 반응시키는 방법으로는 스티렌화페놀 1몰에 대하여, 수산화나트륨, 수산화칼륨 등의 염기성 화합물을 0.9~1.2몰, 에피클로로히드린 등을 1~10몰, 및 필요에 따라 상간 이동 촉매를 사용하여 상압 또는 감압 조건 하, 40~120℃에서 반응시키는 방법을 들 수 있다. 이 때, 여분의 에피클로로히드린 등은 증류 조작에 의해 제거하는 것이 바람직하다.

[0023] 상기 상간 이동 촉매로는 예를 들면, 테트라메틸암모늄염, 테트라부틸암모늄염 등을 들 수 있다. 상간 이동 촉매를 사용하는 경우는 스티렌화페놀 1몰에 대하여, 상간 이동 촉매를 0.001~0.1몰 사용하는 것이 바람직하다.

[0024] 상기 방법 등에 의해 얻어진 일반식(1)로 표현되는 화합물은 물 또는 유기 용매를 사용한 유수 분리, 여과, 농축, 증류, 추출, 정석(晶析), 재결정, 흡착, 및 컬럼 크로마토그래피 등의 분리 정제 수단이나, 이들을 조합한 수단에 의해 분리 정제를 실시해도 된다.

- [0025] 일반식(1)로 표현되는 화합물을 제조하는 경우에는 상기 분리 정제 공정을 거쳐도 에피클로로히드린 등과의 반응에서 유래된 부생성물이 혼재하는 경우가 있다. 본 발명에서는 그들 부생성물을 포함시켜 "일반식(1)로 표현되는 화합물"로서 취급하고, 에폭시 당량, 점도, 전체 염소량 등의 수치로 품질이 관리된다.
- [0026] 일반식(1)로 표현되는 화합물의 에폭시 당량은 250~500g/eq.인 것이 바람직하고, 280~480g/eq.인 것이 보다 바람직하다. 한편, 에폭시 당량은 JIS K 7236: 2001(ISO3001: 1999에 대응)에 준거하여 측정할 수 있다.
- [0027] 저점도라는 관점에서는 일반식(1)로 표현되는 화합물의 에폭시 당량이 250~350g/eq.인 것이 바람직하며, 280~330g/eq.인 것이 보다 바람직하다.
- [0028] 또한, 저점도와 고점착성의 양립이라는 관점에서는 일반식(1)로 표현되는 화합물의 에폭시 당량이 330~450g/eq.인 것이 바람직하고, 350~420g/eq.인 것이 보다 바람직하다.
- [0029] 또한, 높은 점착성을 발현한다는 관점에서는 일반식(1)로 표현되는 화합물의 에폭시 당량이 400~500g/eq.인 것이 바람직하며, 420~480g/eq.인 것이 보다 바람직하다.
- [0030] 일반식(1)로 표현되는 화합물의 25℃에서의 점도는 10mPa·s~300Pa·s인 것이 바람직하며, 100mPa·s~200Pa·s인 것이 보다 바람직하다.
- [0031] 점도는 용도에 따라서 적절히 선택하면 되는데, 저점도가 바람직한 경우에는 일반식(1)로 표현되는 화합물의 25℃에서의 점도는 50~500mPa·s인 것이 바람직하고, 100~250mPa·s인 것이 보다 바람직하다.
- [0032] 또한, 저점도와 고점착성의 양립이 바람직한 경우에는 25℃의 점도는 1000~5000mPa·s인 것이 바람직하며, 1500~3000mPa·s인 것이 보다 바람직하다.
- [0033] 또한, 높은 점착성이 필요한 경우에는 25℃의 점도는 10~300Pa·s인 것이 바람직하고, 50~200Pa·s인 것이 보다 바람직하다.
- [0034] 한편, 점도는 콘플레이트형 회전 점도계(E형 점도계)에 의해 측정할 수 있다.
- [0035] 점도의 측정 조건은 대상이 되는 시료에 따라 다른 것이며, 구체적으로는 50~500mPa인 것을 측정하는 경우에는 E형 점도계(1° 34'×R24 콘로터 사용), 레인지 H, 회전 수 20rpm, 25℃이다. 1000~5000mPa인 것을 측정하는 경우에는 E형 점도계(3° ×R14 콘로터 사용), 레인지 H, 회전 수 10rpm, 25℃이다. 50~200Pa인 것을 측정하는 경우에는 E형 점도계(3° ×R14 콘로터 사용), 레인지 U, 회전 수 2.5rpm, 25℃이다.
- [0036] 일반식(1)로 표현되는 화합물의 전체 염소량은 0~3000ppm인 것이 바람직하고, 0~1500ppm인 것이 보다 바람직하다. 한편, 전체 염소량은 연소-전량 측정법에 의해 측정할 수 있다.
- [0037] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에서의 (B)성분인 에폭시 수지로는 예를 들면, 하이드로퀴논, 레조르신, 피로카테콜, 플로로글루시놀 등의 단핵 다가 페놀 화합물의 폴리글리시딜에테르화물; 디하이드록시나프탈렌, 비페놀, 메틸렌비스페놀(비스페놀F), 메틸렌비스(오르토크레졸), 에틸렌비스페놀, 이소프로필렌비스페놀(비스페놀A), 이소프로필렌비스(오르토크레졸), 테트라브로모비스페놀A, 1,3-비스(4-하이드록시쿠밀벤젠), 1,4-비스(4-하이드록시쿠밀벤젠), 1,1,3-트리스(4-하이드록시페닐)부탄, 1,1,2,2-테트라(4-하이드록시페닐)에탄, 티오비스페놀, 술포비스페놀, 옥시비스페놀, 페놀노볼락, 오르토크레졸노볼락, 에틸페놀노볼락, 부틸페놀노볼락, 옥틸페놀노볼락, 레조르신노볼락, 테르펜페놀 등의 다핵 다가 페놀 화합물의 폴리글리시딜에테르화물; 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 부틸렌글리콜, 헥산디올, 폴리글리콜, 티오디글리콜, 디시클로펜타디엔디메탄올, 2,2-비스(4-하이드록시시클로헥실프로판)(수소화비스페놀A), 글리세린, 트리메틸올프로판, 펜타에리트리톨, 소르비톨 등의 다가 알코올류의 폴리글리시딜에테르; 말레산, 푸마르산, 이타콘산, 석신산, 글루타르산, 수베르산, 아디프산, 아젤라산, 세바스산, 다이머산, 트리머산, 프탈산, 이소프탈산, 테레프탈산, 트리멜리트산, 트리메스산, 피로멜리트산, 테트라하이드로프탈산, 헥사하이드로프탈산, 엔도메틸렌테트라하이드로프탈산 등의 지방족, 방향족 또는 지환족 다염기산의 글리시딜에스테르류 및 글리시딜메타크릴레이트의 단독 중합체 또는 공중합체; N,N-디글리시딜아닐린, 비스(4-(N-메틸-N-글리시딜아미노)페닐)메탄, 디글리시딜오르토톨루이딘, N,N-비스(2,3-에폭시프로필)-4-(2,3-에폭시프로폭시)-2-메틸아닐린, N,N-비스(2,3-에폭시프로필)-4-(2,3-에폭시프로폭시)아닐린, N,N,N',N'-테트라(2,3-에폭시프로필)-4,4'-디아미노디페닐메탄 등의 글리시딜아미노기를 가지는 에폭시 화합물; 비닐시클로헥센디에폭사이드, 디시클로펜타디엔디에폭사이드, 3,4-에폭시시클로헥실메틸-3,4-에폭시시클로헥산카르복실레이트, 3,4-에폭시-6-메틸시클로헥실메틸-6-메틸시클로헥산카르복실레이트, 비스(3,4-에폭시-6-메틸시클로헥실메틸)아디페이트 등의 환상(環狀) 올레핀 화합물의 에폭시화물; 에폭시화폴리부타디엔, 에폭시화스티렌-부타디엔 공중합물 등의 에폭시화 공역디엔 중합체, 트리글리시딜이소시

아누레이트 등의 복소환 화합물을 들 수 있다. 이들은 단독으로 사용해도 되고, 2종 이상을 병용해도 된다.

- [0038] 상기에 든 에폭시 수지 중에서는 입수가 용이하며 경화물의 여러 물성이 좋아지는 점에서 비스페놀형 에폭시 수지가 바람직하다.
- [0039] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에서, (A)성분은 점도를 저감시키는 효과를 가지며, 다양한 기재(基材)의 접착제로서의 성능을 높이는 효과도 가지지만, 함유량이 지나치게 적은 경우, 점도의 저감이나 접착 성능의 효과가 얻어지지 않을 가능성이 있고, 함유량이 지나치게 많은 경우, 조성물의 다른 여러 성능(내열성이나 탄성률)이 저하될 가능성이 있다. 이들의 밸런스의 관점에서 (A)성분의 함유량은 (A)성분과 (B)성분의 합계 질량에 대하여 1~50질량%가 바람직하고, 10~50질량%가 보다 바람직하며, 20~40질량%가 보다 더 바람직하다.
- [0040] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에서의 (C)성분인 아민계 경화제는 공지의 것을 사용할 수 있고, 예를 들면 에틸렌디아민, 1,2-디아미노프로판, 1,3-디아미노프로판, 1,3-디아미노부탄, 1,4-디아미노부탄, 헥사메틸렌디아민 등의 알킬렌디아민류; 디에틸렌트리아민, 트리에틸렌트리아민, 테트라에틸렌테타민 등의 폴리알킬폴리아민류; 1,4-디아미노시클로hex산, 1,3-디아미노시클로hex산, 1,3-디아미노메틸시클로hex산, 1,2-디아미노시클로hex산, 1,4-디아미노-3,6-디에틸시클로hex산, 4,4'-디아미노디시클로hex실메탄, 1,3-비스(아미노메틸)시클로hex산, 1,4-비스(아미노메틸)시클로hex산, 4,4'-디아미노디시클로hex실프로판, 비스(4-아미노시클로hex실)술폰, 4,4'-디아미노디시클로hex실에테르, 2,2'-디메틸-4,4'-디아미노디시클로hex실메탄, 이소포론디아민, 노르보르넨디아민 등의 지환식 폴리아민류; m-크실릴렌디아민, 디아미노디페닐메탄, 디아미노디페닐술폰, 디에틸톨루엔디아민, 1-메틸-3,5-디에틸-2,4-디아민벤젠, 1-메틸-3,5-디에틸-2,6-디아미노벤젠, 1,3,5-트리에틸-2,6-디아미노벤젠, 3,3'-디에틸-4,4'-디아미노디페닐메탄, 3,5,3',5'-테트라메틸-4,4'-디아미노디페닐메탄 등의 방향족 폴리아민류; 벤조구아나민, 아세토구아나민 등의 구아나민류; 2-메틸이미다졸, 2-에틸-4-메틸이미다졸, 2-이소프로필이미다졸, 2-운데실이미다졸, 2-헵타데실이미다졸, 2-페닐이미다졸, 2-페닐-4-메틸이미다졸, 2-아미노프로필이미다졸 등의 이미다졸류; 옥살산디하이드라지드, 말론산디하이드라지드, 석신산디하이드라지드, 글루타르산디하이드라지드, 아디프산디하이드라지드, 수베르산디하이드라지드, 아젤라산디하이드라지드, 세바스산디하이드라지드, 프탈산디하이드라지드 등의 디하이드라지드류; N,N-디메틸아미노에틸아민, N,N-디에틸아미노에틸아민, N,N-디이소프로필아미노에틸아민, N,N-디알릴아미노에틸아민, N,N-벤질메틸아미노에틸아민, N,N-디벤질아미노에틸아민, N,N-시클로hex실메틸아미노에틸아민, N,N-디시클로hex실아미노에틸아민, N-(2-아미노에틸)피롤리딘, N-(2-아미노에틸)피페리딘, N-(2-아미노에틸)모르폴린, N-(2-아미노에틸)피페라진, N-(2-아미노에틸)-N'-메틸피페라진, N,N-디메틸아미노프로필아민, N,N-디에틸아미노프로필아민, N,N-디이소프로필아미노프로필아민, N,N-디알릴아미노프로필아민, N,N-벤질메틸아미노프로필아민, N,N-디벤질아미노프로필아민, N,N-시클로hex실메틸아미노프로필아민, N,N-디시클로hex실아미노프로필아민, N-(3-아미노프로필)피롤리딘, N-(3-아미노프로필)피페리딘, N-(3-아미노프로필)모르폴린, N-(3-아미노프로필)피페라진, N-(3-아미노프로필)-N'-메틸피페리딘, 4-(N,N-디메틸아미노)벤질아민, 4-(N,N-디에틸아미노)벤질아민, 4-(N,N-디이소프로필아미노)벤질아민, N,N-디메틸이소포론디아민, N,N-디메틸비스아미노시클로hex산, N,N,N'-트리메틸에틸렌디아민, N'-에틸-N,N-디메틸에틸렌디아민, N,N,N'-트리메틸에틸렌디아민, N'-에틸-N,N-디메틸프로판디아민, N'-에틸-N,N-디벤질아미노프로필아민, N,N-(비스아미노프로필)-N-메틸아민, N,N-비스아미노프로필에틸아민, N,N-비스아미노프로필프로필아민, N,N-비스아미노프로필부틸아민, N,N-비스아미노프로필펜틸아민, N,N-비스아미노프로필헥실아민, N,N-비스아미노프로필-2-에틸헥실아민, N,N-비스아미노프로필시클로hex실아민, N,N-비스아미노프로필벤질아민, N,N-비스아미노프로필알릴아민, 비스 [3-(N,N-디메틸아미노프로필)] 아민, 비스 [3-(N,N-디에틸아미노프로필)] 아민, 비스 [3-(N,N-디이소프로필아미노프로필)] 아민, 비스 [3-(N,N-디부틸아미노프로필)] 아민 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 사용해도 되고, 2종 이상을 병용해도 된다.
- [0041] (C)성분은 조성물의 저장 안정성을 보다 향상시키는 점에서, 아민계 잠재성 경화제인 것이 바람직하다. 아민계 잠재성 경화제란 구조 중에 아미노기를 가지며, 에폭시기를 포함하는 화합물과의 혼합물에서 실온에서의 점도 변화나 물성 변화가 적은 경화제를 말한다. 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 (A)성분을 함유함으로써, 종래의 에폭시 수지와 아민계 잠재성 경화제를 포함하는 조성물에 비해 저장 안정성이 뛰어난 것이 된다.
- [0042] 아민계 잠재성 경화제로는 디시안디아미드형, 이미다졸형, 폴리아민형 및 폴리우레아형의 잠재성 경화제를 들 수 있다.
- [0043] 디시안디아미드형 잠재성 경화제로는 디시안디아미드 단독, 또는 필요에 따라 후술할 경화 촉진제를 병용한 것을 들 수 있다.
- [0044] 이미다졸형 잠재성 경화제는 예를 들면, 활성 수소를 함유한 이미다졸 화합물에 대하여 50~150℃에서 1~20시간,

필요에 따라 용매를 사용하여 에폭시 화합물을 반응시킴으로써 얻을 수 있다. 용매를 사용한 경우는 반응 종료 후, 상압 또는 감압 하, 80~200℃에서 용매를 제거한다.

- [0045] 이미다졸형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 이미다졸 화합물로는 예를 들면, 2-메틸이미다졸, 2-에틸-4-메틸이미다졸, 2-온데실이미다졸, 2-헵타데실이미다졸, 2-페닐이미다졸 등을 들 수 있다.
- [0046] 이미다졸형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 에폭시 화합물로는 예를 들면, (B)성분으로서 예시한 에폭시 화합물을 들 수 있다.
- [0047] 이미다졸형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 용매로는 메틸에틸케톤, 메틸아밀케톤, 디에틸케톤, 아세톤, 메틸이소프로필케톤, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트, 시클로헥산 등의 케톤류; 테트라하이드로푸란, 1,2-디메톡시에탄, 1,2-디에톡시에탄, 프로필렌글리콜모노메틸에테르 등의 에테르류; 아세트산에틸, 아세트산n-부틸 등의 에스테르류; 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 방향족 탄화수소; 사염화탄소, 클로로포름, 트리클로로에틸렌, 염화메틸렌 등의 할로겐화 지방족 탄화수소; 클로로벤젠 등의 할로겐화 방향족 탄화수소를 들 수 있다.
- [0048] 폴리아민형 잠재성 경화제는 예를 들면, 폴리아민에 대하여 50~150℃에서 1~20시간, 필요에 따라 용매를 사용하여 에폭시 화합물을 반응시킴으로써 얻을 수 있다. 용매를 사용한 경우는 반응 종료 후, 상압 또는 감압 하, 80~200℃에서 용매를 제거한다.
- [0049] 폴리아민형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 폴리아민으로는 아민계 경화제로서 예시한 아민 화합물 중, 활성 수소를 2개 이상 가지는 것을 들 수 있다. 이들은 단독으로 사용해도 되고, 2종 이상을 병용해도 된다.
- [0050] 폴리아민형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 에폭시 화합물로는 예를 들면, (B)성분으로서 예시한 에폭시 화합물을 들 수 있다.
- [0051] 폴리우레아형 잠재성 경화제는 예를 들면, 폴리아민에 대하여 50~150℃에서 1~20시간, 필요에 따라 용매를 사용하여 폴리이소시아네이트를 반응시킴으로써 얻을 수 있다. 용매를 사용한 경우는 반응 종료 후, 상압 또는 감압 하, 80~200℃에서 용매를 제거한다.
- [0052] 폴리우레아형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 폴리아민으로는 예를 들면, 아민계 경화제로서 예시한 아민 화합물 중, 활성 수소를 2개 이상 가지는 것을 들 수 있다.
- [0053] 폴리우레아형 잠재성 경화제의 제조에 사용되는 폴리이소시아네이트로는 페닐렌다이소시아네이트, 톨릴렌다이소시아네이트, 디페닐메탄다이소시아네이트, 나프탈렌다이소시아네이트, 크실릴렌다이소시아네이트 등의 방향족 다이소시아네이트나, 헥사메틸렌다이소시아네이트, 리신다이소시아네이트, 시클로헥산다이소시아네이트, 이소포론다이소시아네이트, 4,4'-디시클로헥실메탄다이소시아네이트, 테트라메틸크실릴렌다이소시아네이트 등의 지방족 또는 지방족환식 구조 함유 다이소시아네이트 등을 들 수 있다. 또한, 이들 폴리이소시아네이트의 NCO기가 블록제로 봉쇄된 것이어도 된다.
- [0054] NCO기의 블록제로는 예를 들면, 말론산디에스테르(말론산디에틸 등), 아세틸아세톤, 아세트아세트산디에스테르(아세트아세트산에틸 등) 등의 활성 메틸렌 화합물; 아세트옥심, 메틸에틸케톡심(MEK옥심), 메틸이소부틸케톡심(MIBK옥심) 등의 옥심 화합물; 메틸알코올, 에틸알코올, 프로필알코올, 부틸알코올, 헵틸알코올, 헥실알코올, 옥틸알코올, 2-에틸헥실알코올, 이소노닐알코올, 스테아릴알코올 등의 1가 알코올 또는 이들의 이성체; 메틸글리콜, 에틸글리콜, 에틸디글리콜, 에틸트리글리콜, 부틸글리콜, 부틸디글리콜 등의 글리콜 유도체; 디시클로헥실아민 등의 아민 화합물; 페놀, 크레졸, 에틸페놀, n-프로필페놀, 이소프로필페놀, 부틸페놀, tert-부틸페놀, 옥틸페놀, 노닐페놀, 도데실페놀, 시클로헥실페놀, 클로로페놀, 브로모페놀 등의 모노페놀류; 레조르신, 카테콜, 하이드로퀴논, 비스페놀A, 디알릴비스페놀A, 비스페놀S, 비스페놀F, 나프톨 등의 디페놀류; ε-카프로락탐 등을 들 수 있다.
- [0055] (C)성분으로서, 아민계 잠재성 경화제를 사용하는 경우는 조성물의 저장 안정성을 향상시키기 위해 페놀 수지류를 병용해도 된다. 병용하는 경우에서의 페놀 수지류의 사용량은 예를 들면, 아민계 잠재성 경화제 전체 질량에 대하여 10~50질량%이다.
- [0056] 페놀 수지류로는 예를 들면, 페놀노볼락 수지, 크레졸노볼락 수지, 방향족 탄화수소포름알데히드 수지 변성 페놀 수지, 디시클로펜타디엔페놀 부가형 수지, 페놀아르알킬 수지(자일록 수지), 나프톨아르알킬 수지, 트리스페닐올메탄 수지, 테트라페닐올메탄 수지, 나프톨노볼락 수지, 나프톨-페놀 공축합 노볼락 수지, 나프톨-크레졸 공축합 노볼락 수지, 비페닐 변성 페놀 수지(비스메틸렌기로 페놀핵이 연결된 다가 페놀 화합물), 비페닐 변성 나프톨 수지(비스메틸렌기로 페놀핵이 연결된 다가 나프톨 화합물), 아미노트리아진 변성 페놀 수지(페놀 골격,

트리아진환 및 1급 아미노기를 분자 구조 중에 가지는 화합물), 및 알콕시기 함유 방향환 변성 노볼락 수지(포름알데히드로 페놀핵 및 알콕시기 함유 방향환이 연결된 다가 페놀 화합물) 등의 다가 페놀 화합물을 들 수 있다.

[0057] 아민계 잠재성 경화제는 시판품을 사용해도 되고, 예를 들면, 아데카 하드너 EH-3636AS((주)ADEKA 제품; 디시안디아미드형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-4351S((주)ADEKA 제품; 디시안디아미드형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-5011S((주)ADEKA 제품; 이미다졸형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-5046S((주)ADEKA 제품; 이미다졸형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-4357S((주)ADEKA 제품; 폴리아민형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-5057P((주)ADEKA 제품; 폴리아민형 잠재성 경화제), 아데카 하드너 EH-5057PK((주)ADEKA 제품; 폴리아민형 잠재성 경화제), 아미큐어 PN-23(아지노모토 화인테크노(주) 제품; 아민어덕트계 잠재성 경화제), 아미큐어 PN-40(아지노모토 화인테크노(주) 제품; 아민어덕트계 잠재성 경화제), 아미큐어 VDH(아지노모토 화인테크노(주) 제품; 하이드라지트계 잠재성 경화제), 후지큐어 FXR-1020((주)T&K TOKA 제품; 우레아형 잠재성 경화제) 등을 들 수 있다.

[0058] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에서의 (C)성분의 함유량은 (A)성분과 (B)성분의 합계 질량 100질량부에 대하여 1~100질량부가 바람직하고, 5~70질량부가 보다 바람직하다.

[0059] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 경화 촉진제를 함유해도 된다. (C)성분과 경화 촉진제를 병용함으로써 경화 속도를 향상시킬 수 있다. 경화 촉진제로는 예를 들면, 트리페닐포스핀 등의 포스핀류; 테트라페닐포스포늄브로마이드 등의 포스포늄염; 벤질디메틸아민, 2,4,6-트리스(디메틸아미노메틸)페놀 등의 아민류; 트리메틸암모늄클로라이드 등의 4급 암모늄염류; 3-(p-클로로페닐)-1,1-디메틸우레아, 3-(3,4-디클로로페닐)-1,1-디메틸우레아, 3-페닐-1,1-디메틸우레아, 이소포론다이소시아네이트-디메틸우레아, 툴릴렌다이소시아네이트-디메틸우레아 등의 우레아류; 및, 3불화붕소와 아민류나 에테르 화합물 등의 착화합물 등을 예시할 수 있다. 이들 경화 촉진제는 단독으로 사용해도 되고, 2종 이상을 병용해도 된다. 경화 촉진제의 함유량은 특별한 제한 없이, 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물의 용도에 따라 적절하게 설정할 수 있다.

[0060] 경화 촉진제는 코어셸형인 것이어도 되며, 구체적으로는 일본 공고특허공보 특공평07-005708호, 일본 특허공보 제4405741호 등에 기재된 고품상의 3급 아민을 코어 성분으로 하여, 에폭시 수지와 아민 화합물의 반응물을 쉘로 한 것을 에폭시 수지에 분산시킨 마스터 배치형 경화 촉진제를 들 수 있다. 이들 경화 촉진제는 에폭시 수지 조성물의 저장 안정성의 관점에서, 특히 티올계 경화제 또는 산무수물과 병용하는 것이 바람직하다.

[0061] 마스터 배치형 경화 촉진제는 시판품을 사용해도 되고, 예를 들면 아사히 가세이(주) 제품의 노바큐어 시리즈인 HX-3742, HX-3721, HXA9322HP, HXA3922HP, HXA3932HP, HXA5945HP, HXA9382HP 등을 들 수 있다.

[0062] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물에는 필요에 따라, 무기 충전제를 첨가해도 된다. 이와 같은 무기 충전제로는 예를 들면, 용융 실리카, 결정 실리카, 흙 실리카 등의 실리카, 수산화마그네슘, 수산화알루미늄, 붕산아연, 몰리브덴산아연, 탄산칼슘, 질화규소, 탄화규소, 질화붕소, 규산칼슘, 티탄산칼륨, 질화알루미늄, 베릴리아, 지르코니아, 지르콘, 포스테라이트, 스테아타이트, 스피넬, 멀라이트, 티타니아 등의 분체, 또는 이들을 구형화한 비즈 및 유리 섬유 등을 들 수 있다.

[0063] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 필요에 따라, 상기 무기 충전제 이외의 첨가제를 첨가해도 된다. 상기 첨가제로는 예를 들면, 실란 커플링제; 디옥틸프탈레이트, 디부틸프탈레이트, 벤질알코올, 콜타르 등의 비반응성 희석제(가소제); 유리 섬유, 펄프 섬유, 합성 섬유, 세라믹 섬유 등의 섬유질 충전제; 유리 크로스·아라미드 크로스, 카본 파이버 등의 보강재; 안료; 칸데틸라 왁스, 카나우바 왁스, 목랍, 백랍, 밀랍, 라놀린, 경랍, 몬탄 왁스, 석유 왁스, 지방족 왁스, 지방족 에스테르, 지방족 에테르, 방향족 에스테르, 방향족 에테르 등의 윤활제; 증점제; 텍소프로픽제; 산화 방지제; 광 안정제; 자외선 흡수제; 난연제; 소포제; 방청제; 콜로이드실리카, 콜로이드알루미나 등의 상용 첨가물을 들 수 있다. 본 발명에서는 추가로 크실렌 수지, 석유 수지 등의 점착성 수지류를 병용할 수도 있다.

[0064] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 고온 고습 하에서의 신뢰성의 관점에서 전체 염소량이 적은 것이 바람직하고, 구체적으로는 전체 염소량이 3000ppm 이하인 것이 바람직하며, 1500ppm 이하인 것이 보다 바람직하다. 전체 염소량은 적은 것이 바람직하므로, 전체 염소량의 이상적인 값은 0ppm이다. 한편, 본 발명에서 전체 염소량은 연소-전량 측정법에 의해 측정할 수 있다.

[0065] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 작업성의 관점에서 25℃에서의 점도가 2.0~50Pa·s인 것이 바람직하고, 2.0~30Pa·s인 것이 보다 바람직하다. 한편, 점도는 콘 플레이트형 회전 점도계(E형 점도계)로 측정할 수 있다.

- [0066] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 (A)~(C)성분, 및 필요에 따라 첨가하는 임의의 성분을 필요에 의해 가열 처리 하면서 교반, 용융, 혼합, 분산시킴으로써 제조할 수 있다. 이 경우의 교반, 용융, 혼합, 분산에 사용하는 장치는 특별히 한정되는 것은 아니며, 본 발명에서는 교반기, 가열 장치를 구비한 너레기, 3롤밀, 볼밀, 플랜터 리 믹서, 비드밀, 유성 교반기 등을 사용할 수 있다. 또한, 이들 장치를 적절하게 조합하여 사용해도 된다.
- [0067] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 접착제로서 적합하게 사용할 수 있다. 접착제의 대상이 되는 기재로는 유리, 금속, 피혁, 목질 재료, 열가소성 수지 및 섬유 강화 플라스틱 등으로 이루어지는 기재를 들 수 있다. 이들 기재 중에서도 금속 기재 및 열가소성 수지 기재가 바람직하며, 금속 기재가 보다 바람직하다.
- [0068] 금속의 구체예로는 철, 알루미늄, 강(鋼), 구리, 마그네슘 및 티탄, 그리고 이들 금속과 다른 비(非)철금속의 합금을 들 수 있다. 이들 금속 중에서는 알루미늄이 바람직하다.
- [0069] 상기 금속 기재는 표면이 도금 가공되어 있어도 된다. 도금 가공의 종류로는 예를 들면, 크롬 도금, 경질 크롬 도금, 니켈 도금, 무전해 니켈 도금, 아연 도금, 금 도금, 은 도금 등을 들 수 있다. 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 특히 니켈 도금, 금 도금된 금속 기재의 접착제로서 적합하게 사용할 수 있다.
- [0070] 상기 열가소성 수지의 구체예로는 염화비닐계 수지, 폴리스티렌, 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리 에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리페닐렌에테르, 폴리카보네이트, 폴리에테르술폰, 폴리술폰, 폴리페닐렌술폰, 폴리페닐렌설파이드, 폴리에테르에테르케톤, 액정 폴리머 등을 들 수 있다.
- [0071] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물로 이루어지는 접착제는 다양한 기재에 대한 접착성이 양호한 점 때문에, 상기에 든 기재에서 선택되는 동종의 기재끼리, 혹은 다른 기재끼리를 접합하기 위한 접착제로서 사용할 수 있다.
- [0072] 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 접착제 용도 이외에도 프린트 배선 기관용 적층판, 빌드업 기관용 층간 절연 재료, 빌드업용 접착 필름, 다이 부착제, 플립칩 실장용 언더필재, 글러브 톱재, TCP용 액상 봉지재, 도전성 접착제, 액정 씰재, 플렉시블 기관용 커버레이, 레지스트 잉크 등의 전자 회로 기관용 수지 재료; 반도체 봉지 재료; 광 도파로나 광학 필름 등의 광학용 재료; 수지 주형 재료; LED, 포토 트랜지스터, 포토 다이오드, 포토 커플러, CCD, EPROM, 포토 센서 등의 다양한 광 반도체 장치; CFRP 등의 섬유 강화 수지 성형품 등의 각종 용도에 적용할 수 있다.
- [0073] **실시에**
- [0074] 이하 본 발명을 실시예에 의해 구체적으로 설명한다.
- [0075] [합성예 1]
- [0076] 환류 장치, 교반 장치, 감압 장치, 적하 장치를 구비한 플라스크 중에, 스티렌화페놀 SP-F(산코(주) 제품 상품명: SP-F, OH 당량=218g/eq)를 250g(OH 당량: 1.15eq), 에피클로로히드린 340g(3.68mol)을 투입하고, 적하 장치 중에 48% 수산화나트륨 수용액 18.54g(수산화나트륨: 0.11mol)을 넣었다. 내부 온도 60~80℃에서 수산화나트륨 수용액을 조금씩 적하하고, 적하 완료 후에 추가로 1시간 반응시켰다. 그 후 내압을 150~200hPa가 될 때까지 감압하고, 적하 장치 중에 48% 수산화나트륨 수용액 166.88g(수산화나트륨: 0.96mol)을 넣었다. 내압이 안정되면, 48% 수산화나트륨 수용액을 1시간 걸쳐 적하하고, 적하 중의 반응에 의해 발생하는 물 및 수산화나트륨 수용액 중에 존재하는 물은 공비(共沸) 탈수에 의해 제거했다. 그 후 추가로 2시간 반응시키고, 계(系) 내의 물의 제거가 완전히 이루어진 것을 확인한 후, 용액을 120~130℃까지 가열하고, 상압 및 감압함으로써 여분의 에피클로로히드린을 제거했다. 이 때, 계 내의 반응물의 에폭시 당량은 317g/eq, 비누화 가능 염소량은 0.65%이었다. 그 후, 계 내를 60℃까지 냉각하고 톨루엔 300g, 이온 교환수 200g을 첨가하여, 유수 분리를 실시했다. 상기 유수 분리를 3회 실시한 후의 조(粗) 에폭시 화합물의 톨루엔 용액을 얻었다.
- [0077] 환류 장치, 교반 장치, 적하 장치를 구비한 플라스크 중에, 얻어진 조 에폭시 화합물의 톨루엔 용액을 투입하고, 48% 수산화나트륨 수용액을 11.46g, 이온 교환수 15g을 각각 첨가하여 65℃에서 30분 교반했다. 그 후, 반응 용액 중에 벤질트리에틸암모늄클로라이드 0.18g(0.81mmol)을 첨가하여 65℃에서 추가로 2시간 반응시켰다. 그 후, 톨루엔/이온 교환수에 의한 유수 분리, 탈용매, 및 여과를 실시하고, 에폭시 화합물 1을 얻었다.
- [0078] 에폭시 화합물 1은 주성분으로서, 일반식(1)에서 R^1 , R^2 , R^3 이 모두 수소 원자이며, n의 평균값이 1.3인 화합물을 포함한다. 에폭시 화합물 1의 에폭시 당량은 305g/eq이고, 25℃에서의 점도는 186mPa·s이며, 비누화 가능 염소량은 143ppm이고, 전체 염소량은 755ppm이었다.

- [0079] 한편, 점도는 콘플레이트형 회전 점도계(E형 점도계)에 의해 측정하고, 비누화 가능 염소량은 JIS K 7243에 준거하여 측정하며, 전체 염소량은 연소-전량 측정법에 의해 측정했다.
- [0080] [합성예 2]
- [0081] 합성예 1에서 사용한 스티렌화페놀 SP-F 250g을 스티렌화페놀 SP-24(산코(주) 제품 상품명: SP-24, OH 당량=308g/eq) 353g으로 변경한 것 이외, 합성예 1과 동일하게 조작을 실시하여, 에폭시 화합물 2를 얻었다.
- [0082] 에폭시 화합물 2는 주성분으로서, 일반식(1)에서 R^1 , R^2 , R^3 이 모두 수소 원자이며, n의 평균값이 2.4인 화합물을 포함한다. 에폭시 화합물 2의 에폭시 당량은 378g/eq이고, 25℃에서의 점도는 2332mPa·s이며, 비누화 가능 염소량은 290ppm이고, 전체 염소량은 730ppm이었다.
- [0083] [합성예 3]
- [0084] 합성예 1에서 사용한 스티렌화페놀 SP-F 250g을 스티렌화페놀 TSP(산코(주) 제품 상품명: TSP, OH 당량=379g/eq) 435g으로 변경한 것 이외, 합성예 1과 동일하게 조작을 실시하여 에폭시 화합물 3을 얻었다.
- [0085] 에폭시 화합물 3은 주성분으로서, 일반식(1)에서 R^1 , R^2 , R^3 이 모두 수소 원자이며, n의 평균값이 3인 화합물을 포함한다. 에폭시 화합물 3의 에폭시 당량은 460g/eq이고, 25℃에서의 점도는 95Pa·s이며, 비누화 가능 염소량은 210ppm이고, 전체 염소량은 640ppm이었다.
- [0086] [실시예 1, 비교예 1]
- [0087] 표 1에 나타내는 배합(질량부)으로 1액형 에폭시 수지 조성물을 조제하고, 각 조성물에서의 25℃, 40℃에서의 저장 안정성을 평가했다. 평가 방법으로는 각 조성물의 배합 직후의 점도에 대하여, 각각의 온도를 설정한 항온조에서 1일, 및 7일 보관한 후의 점도의 상승률(%)을 계산하여 평가했다.
- [0088] 배합에서 사용한 재료는 이하와 같다.
- [0089] (A)성분 에폭시 화합물 1: 합성예 1에서 제조한 것
- [0090] (B)성분 EP-4100E: 비스페놀A형 에폭시 수지, (주)ADEKA 제품
- [0091] (B)성분 EP-4088L: 디시클로펜타디엔형 에폭시 수지, (주)ADEKA 제품
- [0092] (C)성분 EH-5046S: 이미다졸형 잠재성 경화제, (주)ADEKA 제품

표 1

		실시예 1	비교예 1
(A)	에폭시 화합물 1	20	—
(B)	EP-4100E	80	80
	EP-4088L	—	20
(C)	EH-5046S	20	20
점도 (Pa·s)		8.3	7.5
저장 안정성 (%)	25℃, 1일 후	103	113
	25℃, 7일 후	107	162
	40℃, 1일 후	111	165
	40℃, 7일 후	249	3189

[0093]

- [0094] 표 1에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 종래 에폭시 수지의 희석 효과를 가지는 재료로서 알려진 디시클로펜타디엔형 에폭시 수지인 EP-4088L이 배합된 비교예 1에 비해 동등한 점도를 가지고 있으며, 25℃, 40℃ 어느 온도 영역에서도 저장 안정성이 뛰어난 것을 알 수 있었다.

- [0095] [실시에 2~5, 비교예 2, 3]
- [0096] 표 2에 나타내는 배합(질량부)으로 1액형 에폭시 수지 조성물을 조제하고, 각 조성물의 경화물에 대해 전단 강도를 측정했다.
- [0097] 배합에서 사용한 재료는 이하와 같다.
- [0098] (A)성분 에폭시 화합물 1: 합성예 1에서 제조한 것
- [0099] (A)성분 에폭시 화합물 2: 합성예 2에서 제조한 것
- [0100] (A)성분 에폭시 화합물 3: 합성예 3에서 제조한 것
- [0101] (B)성분 EP-4100E: 비스페놀A형 에폭시 수지, (주)ADEKA 제품
- [0102] (B)성분 ED-509E: p-tert-부틸페놀글리시딜에테르, (주)ADEKA 제품
- [0103] (C)성분 2E4MZ: 2-에틸-4-메틸이미다졸
- [0104] 무기 충전제 RY-200S: 흡드실리카(닛폰 에어로실(주) 제품)
- [0105] (전단 강도의 측정 방법)
- [0106] 전단 강도의 측정은 하기와 같이 실시했다.
- [0107] 각 기재 상에 직경 4mm, 높이 1mm의 구멍을 뚫은 실리콘 시트를 얹고, 구멍 내부에 수지 조성물을 넣는다. 이것을 150℃, 2시간의 조건으로 경화시켜 직경 4mm, 높이 1mm의 원기둥 형상의 성형품을 제작했다. 그 후 4000Plus 본드 테스터(Nordson DAGE사 제품)에 의해 전단 강도(MPa)를 측정했다. 각 기재에 대해서는 이하의 것을 사용했다.
- [0108] Au 기재: 금 도금 SPCC-SB((주)엔지니어링 테스트 서비스사 제품)
- [0109] PPS 기재: 썬스틸 GS-40((주)테스트 피스사 제품)
- [0110] Ni 기재: Ni 도금 SPCC-SB((주)테스트 피스사 제품)
- [0111] Al 기재: A5052P((주)테스트 피스사 제품)
- [0112] Cu 기재: C1100((주)엔지니어링 테스트 서비스사 제품)

표 2

		실시에 2	실시에 3	실시에 4	실시에 5	비교예 2	비교예 3
(A)	에폭시 화합물 1	20	50	—	—	—	—
	에폭시 화합물 2	—	—	20	—	—	—
	에폭시 화합물 3	—	—	—	20	—	—
(B)	EP-4100E	80	50	80	80	100	80
	ED-509E	—	—	—	—	—	20
(C)	2E4MZ	5	5	5	5	5	5
무기 충전제	RY-200S	3	3	3	3	3	3
전단 강도 (MPa)	Au	9.72	9.71	12.64	10.30	5.10	5.14
	PPS	9.25	8.84	8.71	7.83	7.32	8.67
	Ni	10.37	10.36	11.17	13.68	0.93	6.27
	Al	16.76	11.51	n/a	n/a	10.37	7.03
	Cu	14.36	n/a	13.65	12.74	6.73	n/a

- [0113]
- [0114] 표 2에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 1액형 에폭시 수지 조성물은 에폭시 화합물 1을 사용하지 않는 수지 조성물에 비해, Au, PPS, Ni, Al 및 Cu 중 어느 기재에서도 전단 강도가 뛰어난 것을 알 수 있었다.