

#### SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 648 334

(5) Int. Cl.4: C 08 G C 08 L 59/68 63/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

# **12 PATENTSCHRIFT** A5

(21) Gesuchsnummer: 4605/81 (73) Inhaber: General Electric Company, Schenectady/NY (US) 22 Anmeldungsdatum: 14.07.1981 30 Priorität(en): 08.08.1980 US 176723 (72) Erfinder: Dudgeon, Charles Donald, Clifton Park/NY (US) (24) Patent erteilt: 15.03.1985 (45) Patentschrift (74) Vertreter: veröffentlicht: 15.03.1985 Ritscher & Seifert, Zürich

### 54 Zubereitung enthaltend einen Polymerisationsinitiator.

5 Die Zubereitung enthält einen Polymerisationsinitiator in Kombination mit einer Peroxidverbindung; der Polymerisationsinitiator ist ein strahlungsempfindliches Sulfonium- oder Jodoniumsalz einer Brφnsted-Säure und hat die in Anspruch 1 angegebene Formel; die Peroxidverbindung ist in einer zur Aktivierung des Polymerisationsinitiators wirksamen Menge vorhanden.

#### **PATENTANSPRÜCHE**

1. Zubereitung enthaltend einen Polymerisationsinitiator in Kombination mit einer Peroxidverbindung, dadurch gekennzeichnet, dass der Polymerisationsinitiator ein strahlungsempfindliches Oniumsalz der Formel

#### $[R_aX]_b^+[C]^{-b}$

ist, in welcher

- R einen einwertigen, organischen, gegebenenfalls substituierten, aromatischen oder heteroaromatischen Rest bedeutet.
- X gewählt ist aus Schwefel und Jod,
- C ein als Polymerisationskatalysator wirksamer Brønsted-Säurerest ist.
- a einen Wert gleich der Valenzzahl von X minus 1 darstellt und
- b gleich der Valenzzahl von C ist,

und die Peroxidverbindung in einer zur Aktivierung des Polymerisationsinitiators wirksamen Menge vorhanden ist.

- 2. Zubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass C der Hexafluoroantimonat- oder Hexafluoroarsenatrest ist.
- 3. Zubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Peroxid eine organische Verbindung und in einer Menge vorhanden ist, die mindestens 10 Gew. % derjenigen des Initiators beträgt.
- 4. Zubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in der Formel für das Oniumsalz jeder Rest R ein Phenylrest ist.
- 5. Zubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Initiator mit einem härtbaren Epoxyharz gemischt ist.
- 6. Zubereitung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil an Initiator 1 bis 15 Gew. %, bezogen auf das Epoxyharz, beträgt.
- 7. Zubereitung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Epoxyharz mit Füllstoff vermischt ist.
- 8. Zubereitung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Füllstoff Aluminiummetallpulver ist und in einer Menge von 10 bis 100 Gew.%, bezogen auf das Epoxyharz, vorliegt.
- 9. Zubereitung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Oniumsalz Triphenylsulfoniumhexafluoroantimonat oder Diphenyljodoniumhexafluoroarsenat ist.

Epoxyharze werden allgemein eingesetzt, wenn hochleistungsfähige Materialien benötigt werden. Die «Härtung», d. h. Vernetzung von Epoxyharzen kann mit Zweikomponenten-Systemen erreicht werden, die auf der Einführung von aktivem Amin enthaltenden Verbindungen oder Carbonsäureanhydriden in das Harz beruhen. Diese Systeme erfordern ein sorgfältiges Mischen der Bestandteile; ausserdem kann die Härtungszeit mehrere Stunden dauern.

Ein anderer Katalysator, der zur Härtung von Epoxyharzen in Einkomponenten-Systemen eingesetzt werden kann, beruht auf der Verwendung von katalytisch wirksamen Brønsted-Säuren in der Form von Aminkomplexen, wie Bortrifluorid-Monoäthylamin. Die Brønsted-Säure wird beim Erhitzen freigesetzt; die Härtung erfolgt innerhalb von 1 bis 8 Stunden und kann Temperaturen von 160°C oder mehr erfordern. Im Effekt können solche Einkomponenten-Systeme nicht für die Beschichtung von wärmeempfindlichen Einrichtungen, wie empfindlichen elektronischen Komponenten, verwendet werden. Auch können keine Epoxymonomere, die niedrige Siedepunkte aufweisen, infolge der entstehenden Verdampfungsverluste während der Härtung eingesetzt werden.

Wie in der US-PS 3703 296 gezeigt wird, können gewisse lichtempfindliche aromatische Diazoniumsalze zur Härtung von Epoxyharzen verwendet werden. Bei der Photolyse sind diese aromatischen Diazoniumsalze fähig, in situ einen Brønsted-

5 Säure-Katalysator freizusetzen, der die rasche Polymerisation des Epoxyharzes initiieren kann. Jedoch muss, obwohl diese Ein-Packungs-Epoxyharz-Mischungen schnellhärtende Zubereitungen liefern können, ein Stabilisator verwendet werden, um ein Härten in der Dunkelheit während der Lagerung dieser Mischun-

gen auf ein Minimum herabzusetzen. Trotz dieser Massnahmen kann ein Gelieren der Mischung auch in Abwesenheit von Licht eintreten. Ausserdem wird Stickstoff während der UV-Härtung freigesetzt, der zu Unvollkommenheiten des Films führen kann. Diazoniumsalze sind gewöhnlich thermisch nicht stabil, was die

15 Verwendung derartiger Materialien wegen der Möglichkeit einer nicht mehr kontrollierbaren Zersetzung gefährlich macht.

Die US-PS 4138255 beschreibt noch ein anderes Katalysator-System. Es verwendet strahlungsempfindliche aromatische Oniumsalze der nachfolgenden allgemeinen Formel

## $[(R)_a(R^1)_b(R^2)_cX]_d^+[MQ_e]^{-(e-f)}$

in welcher R einen einwertigen, aromatischen, organischen Rest, R<sup>1</sup> einen einwertigen, organischen, aliphatischen Rest, ausgewählt aus Alkyl, Cycloalkyl und substituiertem Alkyl, R<sup>2</sup>einen mehrwertigen, organischen Rest, der eine heterocyclische oder kondensierte Ringstruktur ausbildet, gewählt aus aliphatischen Resten und aromatischen Resten, X ein Element der Gruppe VIa des Periodischen Systems der Elemente, gewählt aus Schwefel, Selen und Tellur, Mein Metall oder Metalloid, Qeinen Halogenrest bedeutet, der Index a eine ganze Zahl mit einem Wert von 0 bis 3 einschliesslich, der Index b eine ganze Zahl mit einem Wert von 0 bis 2 einschliesslich, der Index c eine ganze Zahl mit einem Wert von 0 bis 1 ist, der Wert der Summe von (a+b+c) gleich 3 35 oder der Wertigkeit von Xist, der Index d den Wert (e-f) hat, f gleich der Wertigkeit von Mist und eine ganze Zahl mit einem Wert von 2 bis 7 einschliesslich bedeutet, der Index e>f ist und eine ganze Zahl mit einem Wert von bis zu 8 darstellt. Diese Katalysatoren werden gewöhnlich durch Strahlungsenergie, wie <sup>40</sup> beispielsweise durch Elektronenstrahlung oder durch ultraviolet-

Ungeachtet dieser verfügbaren Systeme werden zusätzliche Polymerisationsinitiatoren gesucht, die thermisch aktivierbar sind, und insbesondere solche, die nur bei erhöhten Temperaturen aktiviert werden, so dass sie unter Normalbedingungen stabil sind.

Die Erfindung betrifft Zubereitungen, die sich für die Polymerisation von Epoxyharzen eignen, einen Polymerisationsinitiator in Kombination mit einer Peroxid-Verbindung enthalten und die in Anspruch 1 angegebenen Merkmale haben.

Die Zubereitungen können in Mischung mit härtbarem Epoxyharz unter Umgebungsbedingungen inert bleiben; die Peroxid-Verbindung wirkt beim Erhitzen, indem sie den Initiator veranlasst, die Brønsted-Säure als Katalysator für die Polymerisation freizusetzen. Demzufolge kann die Temperatur verwendet werden, um die Polymerisationsreaktion zu bremsen oder zu aktivieren

Der Polymerisationsinitiator der erfindungsgemässen Zubereitungen ist ein strahlungsempfindliches Oniumsalz der Formel

#### $[R_aX]_b^+[C]^{-b}$

in welcher

tes Licht, aktiviert.

- R einen einwertigen, organischen, gegebenenfalls substituierten, aromatischen oder heteroaromatischen Rest bedeutet,
- X aus Schwefel und Jod gewählt ist,
- C ein als Polymerisationskatalysator wirksamer Brønsted-

3 648 334

Säurerest ist, der Index a einen Wert gleich der Valenzzahl von X minus 1 darstellt und der Index b gleich der Valenzzahl von C ist.

Geeignete aromatische Reste für R in dieser Formel sind beispielsweise Kohlenwasserstoffreste mit 6 bis 13 Kohlenstoffatomen, wie Phenyl, Tolyl, Naphthyl und Anthryl, oder heterocyclische Reste, wie Pyridyl und Furfuryl. Ausserdem können diese aromatischen Reste mit von 1 bis 4 einwertigen Resten substituiert sein, welche Alkoxyreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, Alkylreste mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, Nitro, Halogen und Hydroxyreste einschliessen. Obwohl verschiedene Reste R in einem gegebenen Salz vorhanden sein können, sind sie gewöhnlich identisch.

Cist ein Brønsted-Säurerest, der als Polymerisationkatalysator insbesondere für die Polymerisation von Epoxyharzen wirksam ist. Derartige Verbindungen sind bekannt und enthalten hauptsächlich Halogenide von Übergangs- oder Seltenerdmetallen, oder von Metalloiden. Repräsentative Vertreter sind BF<sub>4</sub>,  $PF_{6}^{-}$ ,  $FeCl_{4}^{-}$ ,  $SnCl_{6}^{--}$ ,  $BiCl_{4}^{-}$ ,  $AlF_{6}^{-3}$ ,  $GaCl_{4}^{-}$ ,  $InF_{4}^{-}$ ,  $TiF_{6}^{-2}$  und ZrF<sub>6</sub><sup>-</sup>. Besonders bevorzugt sind AsF<sub>6</sub> und SbF<sub>6</sub>.

Geeignete Oniumsalze sind bekannt. Sie können nach Verfahren hergestellt werden, die von J.W. Knapcayk und W.E. McEwen, J. Am. Chem. Soc., 91, 145 (1969), A.L. Maycock und G.A. Berchtold, J. Org. Chem., 35, No. 8, 2532 (1970), E. Groethals und P. De Badzctzky, Bul. Soc. Chem. Belg., 73, 546 (1964), H.M. Leicester und F.W. Bergstrom, J. Am. Chem. Soc., 51, 3587 (1927) und in der US-PS 2807648 beschrieben wurden.

Der Initiator kann durch Kombination eines Oniumsalzes eines starken Säureanions (wie Cl-, HSO<sub>4</sub>-oder NO<sub>3</sub>-) mit einem Brønsted-Säuresalz eines stark basischen Kations (wie Na<sup>+</sup> oder NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) hergestellt werden. Der Initiator kann aber auch in situ der zu polymerisierenden Epoxyharz-Zubereitung gebildet werden.

Die erfindungsgemässen Zubereitungen müssen ferner eine Peroxid-Verbindung enthalten, die zur Aktivierung des Polymerisationskatalysators wirksam ist. Gewöhnlich wird ein organisches Peroxid, wie Butylperbenzoat, Dicumylperoxid, oder dergleichen, verwendet. Diese Peroxide sind wünschenswerterweise im wesentlichen bis zu mindestens 50°, und besonders bevorzugt risation durch noch höhere Temperaturen induziert wird.

Die Menge an Peroxid-Verbindung in den erfindungsgemässen Zubereitungen ist nicht von entscheidender Bedeutung, so lang sie nur in ausreichender Menge vorhanden sind, um den Polymerisationsinitiator zu aktivieren. Gewöhnlich wird zumindest 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise 20 Gewichtsprozent an Initiator verwendet. Obwohl ein Überschuss gewöhnlich erwünscht ist, wird eine Menge von mehr als gleichem Gewicht an Initiator gewöhnlich vermieden.

Die Zubereitungen der vorliegenden Erfindung werden normalerweise weiter mit einem härtbaren Epoxyharz vermischt, sofern sie nicht in diesem selbst hergestellt werden. Dies kann kurz vor der thermischen Aktivierung erfolgen. Wegen ihrer Stabilität können sie auch gemischt und dann beträchtliche Zeiträume von der tatsächlichen Aktivierung und dem tatsächlichen Gebrauch gelagert werden.

Die «härtbaren Epoxyharze», die für eine Verwendung gemäss der vorliegenden Erfindung geeignet sind, enthalten irgendein beliebiges Monomeres, Dimeres oder Oligomeres, oder polymeres Epoxymaterial, das eine oder eine Vielzahl von Epoxyfunktionellen Gruppen enthält. Beispielsweise können die Harze, welche durch Reaktion von Bisphenol-A (4,4'-Isopropylidendiphenol) und Epichlorhydrin, oder durch Reaktion von niedermolekularen Phenol-Formaldehydharzen (Novolak-Harzen) mit Epichlorhydrin erhalten werden, allein oder in Kombination mit einer Epoxy-enthaltenden Verbindung als reaktives Verdünnungsmittel verwendet werden. Derartige Verdünnungsmittel, wie Phenylglycidyläther, 4-Vinylcyclohexendioxid, Limonendioxid, 1,2-Cyclohexenoxid, Glycidylacrylat, Glycidylmethacrylat, Styroloxid, Allylglycidyläther, etc., können als die Viskosität modifizierende Mittel zugesetzt werden.

Ausserdem kann der Bereich dieser Verbindungen durch

<sup>5</sup> Einschluss von polymeren Materialien, welche endständige Epoxygruppen oder Seitenketten-Epoxygruppen enthalten, erweitert werden. Beispiele dieser Verbindungen sind Vinyl-Copolymere, welche Glycidylacrylat oder -methacrylat als eines der Comonomeren enthalten. Andere, der Härtung unter Verwen-<sup>10</sup> dung der obigen Katalysatoren zugängliche Klassen von Epoxyenthaltenden Polymeren sind Epoxy-Siloxanharze, Epoxy-Polyurethane und Epoxy-Polyester. Derartige Polymere haben gewöhnlich Epoxy-funktionelle Gruppen an den Enden ihrer Ketten. Epoxy-Siloxanharze und Verfahren zu ihrer Herstellung sind mehr im Detail von E.P. Plueddemann und G. Fanger, J. Am. Chem. Soc., 81, 632 bis 635 (1959) beschrieben. Wie in der Literatur gezeigt, können Epoxyharze auch durch eine Anzahl von Standardverfahren modifiziert werden, wie beispielsweise durch Reaktionen mit Aminen, Carbonsäuren, Thiolen, Pheno-20 len, Alkoholen, etc., wie dies in den US-PSen 2935488, 3235620, 3369055, 3379653, 3398211, 3403199, 3563350, 3567797 und 3677995 beschrieben wird. Weitere Beispiele von Epoxyharzen, die verwendet werden können, sind in der Ency-

Interscience Publishers, New York, Seiten 209 bis 271 zu finden. Die Menge des härtbaren Epoxyharzes, mit welchen die erfindungsgemässe Kombination von Initiator und Peroxid vermischt wird, ist nicht entscheidend und kann in weitem Bereich variieren. Es wird jedoch bevorzugt, von 1 bis 15 % Initiator, bezogen auf das Harzgewicht, zu verwenden. Dies stellt eine vollständige Polymerisation ohne Verlust an überschüssigem Initiator sicher.

clopedia of Polymer Science and Technology, Vol. 6, 1967,

Die Zubereitungen der vorliegenden Erfindung können zusätzlich verschiedene Bestandteile enthalten, die gegenüber der Polymerisationsreaktion inert sind. Diese Bestandteile schliessen Farbstoffe, Pigmente, viskositätssteuernde Mittel und, was von besonderer Wichtigkeit ist, Füllstoffe, ein. Ein Füllstoff ist besonders erwünscht, weil er in wirksamer Weise das Volumen des Epoxyharzproduktes streckt. Herkömmliche Füll-100°C stabil. Dies stellt ihre Gegenwart sicher, wenn die Polyme- 40 stoffe werden gewöhnlich in Mengen von 10 bis 100 Gewichtsprozent, bezogen auf das Epoxyharz, eingesetzt.

> In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird in der Zubereitung Aluminiummetallpulver als Füllstoff verwendet. Ein derartiger Aluminiumfüllstoff ermöglicht die Verwendung der erfindungsgemässen Zubereitungen zum «Löten» von Kunststoffkörpern.

Anwendung und Einsatz der erfindungsgemässen Zubereitungen sind einfach und die Zubereitung kann beliebige Formen annehmen, beispielsweise die einer freifliessenden Pulvermi-50 schung.

Wahlweise kann sie ein Lösungsmittel oder einen anderen flüssigen Träger enthalten, und, je nach der Menge, im Bereich einer Paste bis zu einem Tränklack liegen. Als solche kann sie eine Viskosität von etwa 0,001 bis 100 Pa.s (1 bis 100 000 cP) bei 55 25°C besitzen. Unbeschadet ihrer Form wird jedoch die das härtbare Epoxyharz enthaltende Zubereitung aufgebracht, wo man das gehärtete Produkt zu haben wünscht.

Einsatzmöglichkeiten der erfindungsgemässen Zubereitungen liegen in ganz verschiedenen Gebieten. Beispielsweise können 60 sie zur Herstellung von schützenden, schmückenden oder isolierenden Überzügen, für Druckfarben, Dichtungsmittel, Klebstoffe, Druckbänder, und dergleichen, verwendet werden. Als solche werden sie gewöhnlich zuerst als dünne Filme oder Überzüge auf eine Anzahl von verschiedenartigen möglichen 65 Substraten aufgebracht.

So lange die Zubereitung nicht aktiviert worden ist, bleibt sie völlig stabil. Daher erfolgt bei oder unterhalb einer Temperatur von etwa 50° bis 100° C (in Abhängigkeit von dem besonderen

vorhandenen Initiator und Peroxid) keine wesentliche Polymerisation oder Härtung.

Um diese Reaktion zu starten, braucht die Zubereitung nur auf oder über ihre Aktivierungstemperatur erhitzt zu werden, worauf die Polymerisation einsetzt. Normalerweise werden jedoch in der Praxis Temperaturen angewendet, die mindestens 25°, und vorzugsweise mindestens 50°C über dem Aktivierungspunkt liegen. Dadurch kann die Polymerisation erheblich beschleunigt

Wie oben bereits angegeben, hat jede spezifische Kombination von Initiator und Peroxid in den erfindungsgemässen Zubereitungen ihre eigenen individuellen Eigenschaften der Aktivierungstemperatur und der Härtungsgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen. Diese Variationen erlauben eine in hohem Masse 15 Durch Vergleich der Proben Nr. 3 bis 5 wird jedoch die Bedeuerwünschte Breitenanwendung der vorliegenden Erfindung mit besonderen Substraten und bei besonderen Herstellungsver-

Beispielsweise umfasst eine andere bevorzugte Anwendung der vorliegenden Erfindung die Herstellung von Glimmer-Bandlaminaten. Die herkömmlichen Herstellungsverfahren hierfür erfordern vor der Laminierung und dem Härten eine lange Behandlung des Harzes bei erhöhten Temperaturen (oftmals 1 Stunde bei etwa 100°C). Mit den erfindungsgemässen Zubereitungen kann eine derartige Behandlung leicht ertragen und eine abschliessende Härtung/Polymerisation durch eine anschliessende Temperaturerhöhung auf beispielsweise 150°C erzielt werden.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur weiteren Erläuterung der Erfindung, sollen diese jedoch nicht beschränken. Sofern nicht ausdrücklich etwas anderes gesagt wird, beziehen sich alle Anteile auf das Gewicht.

#### Beispiel 1

Es wurde eine Mischung von 100 g 3,4-Epoxycyclohexylmethyl-3,4-epoxycyclohexan-carboxylat (ERL-4221, hergestellt von der Firma Union Carbide) mit 4g eines Initiators von 50 % Triphenylsulfoniumhexafluoroantimonat in Propylencarbonat und 0,6 g Dicumylperoxid hergestellt. Annähernd 10 g der Mischung wurden dann in einer Aluminium-Wägeschale in einem Ofen mit einer Temperatur von 150°C placiert. Das Harz gelierte in etwa 30 Minuten und war in 3,5 Stunden hart und gut gehärtet.

Im Gegensatz hierzu verhielten sich Harzproben, die nur den einen der beiden Bestandteile, nämlich Triphenylsulfoniumhexafluoroantimonat oder Dicumylperoxid enthielten, unter den gleichen Bedingungen im wesentlichen inert. Keine der Proben gelierte nach 2 Stunden bei 150°C. Diese Ergebnisse zeigen den kooperativen Effekt der Bestandteile der vorliegenden Erfindung.

#### Beispiel 2

Proben, welche 100 g des Epoxyharzes von Beispiel 1 enthielten, wurden mit variierenden Mengen an einem Initiator (50 % Triphenylsulfoniumhexafluoroantimonat in Propylencarbonat) und tert.-Butylperbenzoat gemischt. Die Proben wurden dann unter den in der Tabelle angegebenen Bedingungen zu einem Gel gehärtet.

Tabelle

P	robe Nr.	Initiator (g)	Peroxid (g)	Temperatur (°C)	Gelzeit*
5 1		4	2	150	12,0min
2		6	1	150	13,3 min
3		4	1	150	14,9 min
4		4	1	135	105,0 min
5		4	1	100	23,0h

<sup>10</sup> \* Es wurde ein Sunshine-Gelzeit-Messgerät verwendet.

Ein Vergleich zwischen den Ergebnissen der Proben Nr. 1 bis 3 zeigt, dass die Konzentration von Initiator/Peroxid nur eine begrenzte Wirkung auf die Polymerisationsgeschwindigkeit hat. tung der Temperatur ersichtlich. Unterhalb 100°C ist die Zubereitung relativ stabil. Durch Erhöhung der Temperatur auf 150°C wird jedoch die Polymerisationsreaktion aktiviert und läuft mit hoher Geschwindigkeit ab.

#### Beispiel 3

Eine Mischung von 60 g des Epoxyharzes aus Beispiel 1 und 40 g Bisphenol-A-diglycidyläther-Epoxyharz (Epon 828, herge-25 stellt von der Firma Shell Chemical Co.) wurde mit 4g Initiator (50% Triphenylsulfoniumhexafluoroantimonat in Propylencarbonat) und 1g tert.-Butylperoxid gemischt.

Die Proben der Mischung wurden dann in einem Sunshine-Geltester erhitzt, bis sie gelierten. Bei 150°C betrug die Gelzeit  $_{30}$  22,3 Minuten, bei 135° $\check{\mathrm{C}}$  4 Stunden.

Eine weitere Probe wurde dann in einem Ofen bei 60°C placiert und 32 Stunden lang gealtert. Während dieser Zeit erfolgte kein offensichtlicher Anstieg der Viskosität. Anschliessend wurde die Probe auf 150°C erhitzt, wobei sie eine Gelzeit 35 von 26,3 Minuten zeigte.

Diese Ergebnisse zeigen deutlich die Lagerstabilität der erfindungsgemässen Zubereitungen. Auch nach sehr langer, durch hohe Temperatur beschleunigter Alterung zeigte die Probe keinen wesentlichen Aktivitätsverlust.

#### Beispiel 4

Das Verfahren von Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 2,8 g eines Initiators von 71,4 % Diphenyljodoniumhexafluoroarsenat in Propylencarbonat und 1 g tert.-Butylperbenzoat einge-45 setzt wurden. Die Probe hatte eine Gelzeit von 4,8 Minuten bei 150°C.

#### Beispiel 5

Das Verfahren von Beispiel 4 wurde wiederholt, wobei als 50 Epoxyharz 100 g Diglycidyläther von Bisphenol-A (Epon 826) eingesetzt wurden. Bei diesem Beispiel war die Gelzeit bei 150°C 3,5 Minuten.

#### Beispiel 6

Es wurde durch Mischen von 167 g Aluminiumpulver (Alcoa 101) mit einer Mischung von 76,13 g ERL-4221 und 19,06 g Butadien-Acrylnitril-Copolymerem mit Hydroxyendgruppen (Goodyear, HTBN), enthaltend 4,04g Diphenyljodoniumhexafluoroarsenat (71,4% in Phenylencarbonat) und 2g tert.-Butyl-60 perbenzoat, ein Kunststoffkörper-Lötmittel hergestellt.

Das Lötmittel war während einer Zeit von mindestens 9 Monaten bei 25°C stabil, während es bei 150°C innerhalb eines Zeitraums von 5,9 Minuten gelierte. Im Gegensatz hierzu beträgt etwa die maximale Stabilität einer Kombination, die Diphenvljo-

65 doniumhexafluoroarsenat/Kupfersalze verwendet, 5 Monate.