



Patent dodatkowy
do patentu nr 133 802

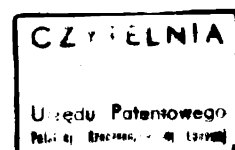
Zgłoszono: 85 06 26 (P. 254187)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 87 02 09

Opis patentowy opublikowano: 89 01 31

Int. Cl.⁴ C08G 59/50



Twórcy wynalazku: Gabriel Rokicki, Jędrzej Kielkiewicz, Antoni Kozłowski,
Jan Kalita, Zbigniew Muszyński

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Przezroczysta kompozycja epoksydowa

Przedmiotem wynalazku jest przezroczysta kompozycja epoksydowa przeznaczona do zalewania i hermetyzacji elementów i podzespołów stosowanych do celów optycznych i elektronicznych a zwłaszcza optoelektronicznych stanowiąca ulepszenie kompozycji według wynalazku nr 133 802. Kompozycję taką powinna cechować doskonała przezroczystość, dobra przyczepność do podłoża, dobra wytrzymałość cieplna i mechaniczna w szerokim zakresie temperatur oraz dobre własności dielektryczne. Niezbędna jest również zdolność barwienia takiej kompozycji w stopniu zapewniającym uzyskanie pożądanego zabarwienia a także możliwość wprowadzania dodatków powodujących rozproszenie światła w określonym stopniu. Ponadto kompozycja taka powinna charakteryzować się odpowiednimi własnościami przetwórczymi, to jest długim czasem życia i odpowiednią lepkością umożliwiającą prowadzenie procesu zalewania w temperaturze pokojowej oraz stosunkowo niską temperaturą utwardzania nie powodującą żółknięcia kompozycji.

Znana z opisu patentowego nr 133 802 przezroczysta kompozycja epoksydowa złożona jest z dianowej żywicy epoksydowej i utwardzacza oraz ewentualnie barwników, inhibitorów hydrolizy, środków rozpraszających światło i antyutleniaczy a jako utwardzacz zawiera kompozycję estrowo-bezwodnikową stanowiącą produkt reakcji 100 części wagowych bezwodnika czterowodoroftalowego, sześciowodoroftalowego lub metyloendometylenoczworowodoroftalowego lub ich mieszaniny, 5–50 części wagowych glikolu o wzorze ogólnym $H/OR/n-OH$, w którym R oznacza grupę etylenową, propylenową, butylenową, neopentylenową lub heksylenową a n oznacza liczbę całkowitą od 1 do 20 oraz 1–20 części wagowych alkoholu alifatycznego zawierającego 6–12 atomów węgla, prowadzonej w temperaturze 40–150°C z dodatkiem przyspieszaczy utwardzania takich jak trzeciorzędowe aminy alifatyczne i/lub alifatyczno-aromatyczne, fosfiny lub imadazole w ilości 0,01–5,0 części wagowych na 100 części wagowych utwardzacza estrowo-bezwodnikowego.

Kompozycja według wynalazku jako przyspieszacza utwardzania zawiera sól trzeciorzędowej aminy alifatycznej i/lub alifatyczno-aromatycznej i kwasu organicznego lub fenolu.

Korzystnie przyspieszaczem utwardzania jest sól benzylodwumetyloaminy, N,N-dwumetyloaniliny, N,N-dwuetyloaniliny lub 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenolu i kwasu octowego,

chlorooctowego, dwuchlorooctowego, trójfluorooctowego, maleinowego, p-toluenosulfonowego, 2,4-dwunitrofenolu lub bis/p-hydroksyfenylo/sulfonu. Po zmieszaniu wszystkich składników kompozycję utwardza się w temperaturze 50–150°C w czasie co najmniej jednej godziny.

Kompozycja według wynalazku ma dobre własności przetwórcze i długi czas życia w temperaturze pokojowej przekraczający 8 godzin bez istotnej zmiany lepkości, niewielką lepkość w warunkach zalewania oraz stosunkowo krótki czas żelowania i utwardzania. Kompozycję według wynalazku można odpowietrzać w podwyższonej temperaturze bez wzrostu jej lepkości oraz zalewać w formach polipropylenowych w temperaturze 50°C, co ułatwia otrzymywanie elementów o różnym kształcie części hermetyzujące. Ponadto kompozycje te mogą być barwione za pomocą barwników i pigmentów. Utwardzone kompozycje są przezroczyste, wykazują przepuszczalność światła powyżej 85%, mają bardzo dobrą przyczepność do podłoża oraz są odporne na cykliczne zmiany temperatury w zakresie od -70°C do 120°C. Ponadto kompozycje te mają dobre własności mechaniczne i elektryczne i nadają się do długiego przechowywania zmieszane z utwardzaczem.

Opisane powyżej własności przetwórcze i użytkowe preferują stosowanie kompozycji epoksydowych według wynalazku do zalewania i hermetyzacji elementów elektronicznych i optoelektronicznych a także do wykonywania soczewek i szkieł optycznych. Kompozycje takie można również stosować do zalewania i hermetyzacji preparatów biologicznych oraz do wykonywania elementów zdobniczych. Przedmiot wynalazku ilustrują przykłady wykonania.

Przykład I. Sporządzono kompozycję przez zmieszanie 100 g dianowej żywicy epoksydowej o liczbie epoksydowej 0,52 grówn./100 g utwardzacza estrowo-bezwodnikowego stanowiącego produkt reakcji 72 g bezwodnika sześciowodoroftalowego, 24 g glikolu polioksypropylenowego o średniej masie cząsteczkowej 400 i 4 g alkoholu 2-etyloheksylowego, prowadzonej w temperaturze 110°C przez 3 godziny oraz 1,8 g soli benzylodwumetyloaminy i kwasu octowego jako przyspieszacza. Kompozycja ma lepkość 500 mPa · s w temperaturze 50°C, która rośnie nieznacznie w trakcie dalszego termostatowania w tej temperaturze. Po odpowietrzeniu mieszaninę naniesiono na cokoły diod elektroluminescencyjnych. Hermetyzację diod prowadzono w temperaturze 95°C, przy czym żelowanie kompozycji następowało po 25 minutach a pełne utwardzenie po 12 godzinach. Utwardzone soczewki wykazują bardzo dobrą przezroczystość przepuszczając 90% światła widzialnego, dobrą przyczepność do podłoża metalicznego oraz odporność na cykliczne zmiany temperatury w zakresie od -70°C do 120°C. Wytrzymałość dielektryczna utwardzonej kompozycji wynosi 17,2 kV/mm a stała dielektryczna 3,3 przy częstotliwości 10⁶ Hz.

Przykłady II–VIII. Proces prowadzono w sposób opisany w przykładzie I, z tą różnicą, że zamiast soli benzylodwumetyloaminy i kwasu octowego jako przyspieszacze utwardzania stosowano sole benzylodwumetyloaminy i kwasów organicznych podanych w tabeli I. W tabeli podano również właściwości otrzymanych kompozycji. Dla porównania podano właściwości kompozycji według opisu patentowego nr 133 802, w której jako przyspieszacze stosowano benzylodwumetyloaminę.

Wytworzone w przykładach kompozycje odznaczają się dobrą przepuszczalnością światła, doskonałą przyczepnością do podłoża i odpornością na cykliczne zmiany temperatury w zakresie od -55°C do 100°C.

T a b e l a I

Nr przykładu	Kwas (fenol)	Ilość przyspieszacza g	Lepkość mPa · s w temp. 50°C po termostatowaniu przez okres				Czas żelowania w 95°C min
			O	1 h	2 h	3 h	
II	chlorooctowy	2,1	500	1250	2100	3350	22
III	dwuchlorooctowy	2,4	500	700	1250	1800	24
IV	trójfluorooctowy	2,3	500	600	800	1400	30
V	maleinowy	2,3	500	750	1100	1800	27
VI	p-toluenosulfonowy	2,8	500	800	1300	2000	26
VII	2,4-dwunitrofenol	3,0	500	700	1100	1550	28
VIII	bis/p-hydroksyfenyloksysulfon/	3,6	500	720	1050	2500	22
Przykł. porówn.	benzylodwumetyloamina	1,25	500	900	1600	3500	25

Przykłady IX–XI. Proces prowadzono w sposób opisany w przykładzie I, z tą różnicą, że zamiast soli benzynodwumetyloaminy i kwasu octowego jako przyspieszacze utwardzania stosowano sole 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenolu i kwasów organicznych podanych w tabeli II. W tabeli podano również właściwości otrzymanych kompozycji. Kompozycje po odpowietrzeniu nanoszono do foremek z kauczuku silikonowego i utwardzano w temperaturze 95–100°C. Po upływie 24 godzin otrzymano bezbarwne odlewy o bardzo dobrej przepuszczalności światła widzialnego, wytrzymujące cykle zmian temperatury w zakresie od -70°C do 120°C.

T a b e l a I I

Nr przykładu	Kwas	Ilość przyspieszaczy g	Lepkość mPa · s w temp. 50°C po termostatowaniu przez okres					Czas żelowania w 95°C min
			O	1 h	3 h	6 h	8 h	
IX	dwuchlorooctowy	4,0	500	620	1150	3000	6300	32
X	trójchlorooctowy	4,2	500	600	900	1600	3200	30
XI	maleinowy	4,4	500	650	1200	3100	6500	34

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Przezroczysta kompozycja epoksydowa złożona z dianowej żywicy epoksydowej i utwardzacza oraz ewentualnie barwników, inhibitorów hydrolizy, środków rozpraszających światło i antyutleniaczy, która jako utwardzacze zawiera kompozycję estrowo-bezwodnikową stanowiącą produkt reakcji 100 części wagowych bezwodnika czterowodoroftalowego lub sześciowodoroftalowego lub metyloendometylenoczwierowodoroftalowego lub ich mieszaniny, 5–50 części wagowych glikolu o wzorze ogólnym $H/OR/n-OH$, w którym R oznacza grupę etylenową, propylenową, butylenową, neopentylenową lub heksylową a n oznacza liczbę całkowitą od 1 do 20 oraz 1–20 części wagowych alkoholu alifatycznego zawierającego 6–12 atomów węgla, prowadzonej w temperaturze 40–150°C, z dodatkiem przyspieszaczy utwardzania w ilości 0,01–5,0 części wagowych na 100 części wagowych utwardzacza estrowo-bezwodnikowego, według opisu patentowego nr 133 802, **znamienna tym**, że jako przyspieszacz utwardzania zawiera sól trzeciorzędowej aminy alifatycznej i/lub alifatyczno-aromatycznej i kwasu organicznego lub fenolu.

2. Kompozycja według zastrz. 1, **znamienna tym**, że jako przyspieszacz utwardzania zawiera korzystnie sól benzylodwumetyloaminy, N,N-dwumetyloaniliny, N,N-dwuetyloaniliny lub 2,4,6-trój/dwumetyloaminometylo/fenolu i kwasu octowego, chlorooctowego, dwuchlorooctowego, trójfluorooctowego, maleinowego, p-toluenosulfonowego, 2,4-dwunitrofenolu lub bis/p-hydroksyfenilo/sulfonu.