



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 88 01 21 (P. 270263)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 89 12 11

Opis patentowy opublikowano: 1991 08 30

Int. Cl.⁵ C09D 5/25
H01B 3/40

CZYTELNIA
OGÓLNA

Twórcy wynalazku: Zygmunt Specjał, Wiesław Szeja, Zbigniew Pruszowski, Andrzej Koszorek, Tadeusz Bieg, Bogusław Kawalec, Adam Rojek, Alojzy Heinze, Władysław Kucharczyk, Marian Gajewski

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego, Gliwice (Polska);
Centrum Naukowo-Produkcyjne Mikroelektroniki Hybrydowej
i Rezystorów "Unitra-Telpod", Kraków (Polska)

LAKIER ELEKTROIZOLACYJNY NA POWŁOKI ZABEZPIECZAJĄCE
REZYSTORY WARSTWOWE STAŁE

Przedmiotem wynalazku jest lakier elektroizolacyjny na powłoki zabezpieczające rezystory warstwowe stałe. Znane jest stosowanie kompozycji zawierających dianowe żywice epoksydowe sieciowane żywicami aminowymi, takimi jak żywice melaminowe (Zbigniew Brojer, Zofia Hertz, Piotr Panczek: Żywice epoksydowe, WNT, 1982, s. 355-356).

Do tego typu kompozycji stosuje się żywice epoksydowe o masie cząsteczkowej 3000-4000 i znacznej zawartości grup wodorotlenowych, zaś utwardzaczem takich kompozycji są kwaśne estry np. fosforan monobutyli. Kompozycje takie charakteryzują się długą żywotnością wynoszącą około 6 miesięcy pod warunkiem przechowywania ich w temperaturze pokojowej i krótkim czasem utwardzania rzędu 10 minut w temperaturze 150°C. Znane są również niepalne kompozycje na bazie fenoloftaleinowych żywic epoksydowych w szczególności eterów di- i triglicydylowych fenoloftaleiny utwardzonych kwasami Lewisa np. BF₃ (Journal of Polymer Sciences Polymer Chemistry Edition 17, 3095 (1979)). Kompozycje te charakteryzują się wysoką temperaturą zeszklenia po utwardzeniu, lecz są mało reaktywne i wymagają dodatkowo stosowania przyspieszacza procesu utwardzania.

W zależności od stosowanych rodzajów dianowych żywic epoksydowych o różnym stopniu polimeryzacji oraz różnych typów utwardzaczy otrzymuje się wiele typów lakierów elektroizolacyjnych epoksydowo-melaminowych pod warunkiem jednak stosowania żywic o masie cząsteczkowej minimum 2500-3000.

Nie są jak dotychczas znane kompozycje mieszane epoksydowo-melaminowe z dodatkiem fenoloftaleinowych żywic epoksydowych. Wytwarzanie lakieru elektroizolacyjnego nadającego się do nanoszenia i utwardzania na rezystorach warstwowych stałych, na automatycznej linii produkcyjnej, o ściśle określonym reżimie technologicznym, wymagającym czasu utwardzenia lakieru poniżej 190 sekund w temperaturze 160-165°C. W celu umożliwienia ciągłej pracy linii, lakier powinien charakteryzować się lepkością 1-5 P, indeksem tiksotropowym 6-8 oraz stabilnością minimum 30 dni w temperaturze 20-30°C, a po utwardzeniu temperatura zeszklenia minimum 150°C,

niepalnością i rezystancją rzędu 10^{15} ohm·cm, nie jest możliwe do zrealizowania, uwzględniając aktualny stan techniki. Stosowanie bowiem kompozycji zawierających dianowe żywice epoksydowe, nie pozwala osiągnąć większej trwałości po zmieszaniu z utwardzaczem niż 3 dni w temperaturze 20-30°C przy zachowaniu wymaganych parametrów utwardzania, zaś stosowanie kompozycji opartych na bazie dianowych żywic epoksydowych z dodatkiem żywic melaminowych wydłuża żywotność kompozycji, lecz uniemożliwia jej pełne utwardzenie w czasie 180 sekund w temperaturze 160°C oraz modyfikuje lepkość kompozycji, co powoduje nierównomierne nałożenie warstwy lakieru na rezystor na automatycznej linii produkcyjnej, stosowane zaś do tego celu żywice epoksydowych na bazie fenoloftaleiny również jest niecelowe z uwagi na ich dłuższy od wymaganego reżimem technologicznym czas utwardzania niezależnie od rodzaju stosowanego utwardzacza.

Lakier elektroizolacyjny na bazie żywicy dianowej według wynalazku zawiera dianową żywicę epoksydową o masie cząsteczkowej 900-3500 i liczbie epoksydowej 0,02-0,25 z dodatkiem żywicy epoksydowej na bazie fenoloftaleiny o masie cząsteczkowej 400-1200 i liczbie epoksydowej 0,15-0,60, zaś jako rozcieńczalnik mieszaninę eterów mono- i diglicydylowych alkilowych o 4-8 atomach węgla w łańcuchu i arylowych o 1-2 pierścieniach aromatycznych w cząsteczce przy czym pierścienie są skondensowane bądź przedzielone łańcuchem alifatycznym o 2-6 atomach węgla w łańcuchu, oraz dodatek żywicy melaminowej będącej 90% roztworem metylowych pochodnych melaminy w glikolu etylowym, a jako utwardzacz mieszaninę kwaśnych estrów di-, tri- i tetrakarboksydowych kwasów aromatycznych, z alifatycznymi alkoholami o 2-8 atomach węgla w łańcuchu.

Kompozycja zawiera na 1 część wagową dianowej żywicy epoksydowej 0,05-0,2 części wagowej żywicy epoksydowej na bazie fenoloftaleiny 0,1-0,6 części wagowej utwardzacza 0,1-0,3 części wagowej żywicy melaminowej oraz 0,5-1,5 części wagowej rozcieńczalnika, przy czym zawiera on 10-50% eterów mono- i diglicydylowych pochodnych alifatycznych oraz 50-90% eterów mono- i diglicydylowych pochodnych aromatycznych.

Dodatkowo korzystnym jest stosować w kompozycji dodatek przyspieszacza na bazie kwaśnych estrów kwasu fosforowego z alifatycznymi alkoholami o 2-8 atomach węgla w łańcuchu w ilości 0,02-0,1 cząstek wagowych.

Lakier według wynalazku otrzymuje się w ten sposób, że żywicę epoksydową na bazie dianu o masie cząsteczkowej 900-3500 i liczbie epoksydowej 0,02-0,25 roztwarza się w temperaturze 90-140°C w rozcieńczalniku zawierającym mieszaninę eterów mono- i diglicydylowych alkilowych i arylowych do uzyskania jednorodnego roztworu, a po wystudzeniu do temperatury pokojowej dodaje się żywicę epoksydową na bazie fenoloftaleiny o masie cząsteczkowej 400-1200 i liczbie epoksydowej 0,15-0,60 a następnie żywicę melaminową oraz utwardzacz na bazie kwaśnych estrów aromatycznych di-, tri- i tetrakarboksydowych z alkoholami alifatycznymi i przyspieszczacz na bazie kwaśnych estrów kwasu fosforowego. Lakier elektroizolacyjny według wynalazku charakteryzuje się lepkością 1-4P, indeksem tiksotropowym 6-8, trwałością po zmieszaniu z utwardzaczem i przyspieszczaczem minimum 30 dni w temperaturze 20-30°C, czasem utwardzania 150-190 sekund w temperaturze 160-165°C, a po utwardzeniu odpornością na agresywne chemikalia i rozpuszczalniki, rezystancją rzędu 10^{15} ohm·cm, temperaturą zeszklenia 190-220°C i wymaganymi własnościami elektroizolacyjnymi.

Wynalazek umożliwia rozszerzenie zakresu mas cząsteczkowych stosowanych dianowych żywic epoksydowych w wyniku stosowania, jako dodatku, epoksydowych żywic na bazie fenoloftaleiny a także podwyższenie temperatury zeszklenia kompozycji w wyniku stosowania kwaśnych estrów aromatycznych kwasów karboksylowych, które oprócz utwardzania dianowych i niedianowych żywic epoksydowych dodatkowo katalizują polimeryzację melaminy i jej metylowych pochodnych. Własności tiksotropowe lakieru koryguje się ilością i stopniem rozdrobienia wypełniacza według sposobów stosowanych przy otrzymywaniu kompozycji epoksydowych o identycznym indeksie tiksotropowym.

Poniżej podano przykład kompozycji lakieru elektroizolacyjnego według wynalazku wraz z niektórymi własnościami, nie wyczerpując jednak zakresu wynalazku.

P r z y k ł a d. Lakier elektroizolacyjny na bazie dianowych i fenoloftaleinowych żywic epoksydowych z dodatkiem żywicy melaminowej składa się z 1 części wagowej żywicy epoksydowej na bazie dianu o masie cząsteczkowej 1400 i liczbie epoksydowej 0,12, 1 części wagowej

mieszaniny eteru fenylo- glicydylowego z eterem butylo- glicydylowym, przy czym mieszanina zawiera 70% eteru fenylo- glicydylowego i jest sporządzona w temperaturze 120°C, a po wychłodzeniu do temperatury pokojowej dodaje się 0,2 części wagowej żywicy melaminowej będącej 90% roztworem melaminy i jej metylowych pochodnych w glikolu etylenowym, 0,1 części wagowej eteru diglicydylowego fenoloftaleiny, 0,5 części wagowej utwardzacza będącego kwaśnym estrem kwasu trimelitowego z n-butanołem oraz 0,05 części wagowej fosforanu monobutyłu jako przyspieszacza. Kompozycja zawiera ponadto 0,4 części wagowe pigmentu o rozdrobnieniu poniżej 20 mikrometrów nadającego jej odpowiednio własności reologiczne i tiksotropowe. Czas utwardzania tej kompozycji w temperaturze 160°C wynosi 170 sekund. Otrzymane na linii automatycznej rezystory pokryte wstępnie warstwą lakieru fenolowego oraz dwiema warstwami lakieru wytworzonego według wynalazku o grubości 0,1 mm każda, charakteryzowały się odpornością na przebicie rzędu 1200 V, zaś temperatura zeszklenia utwardzonej kompozycji wynosiła 190°C. Lakier ten charakteryzuje się ponadto lepkością 2,0-3,0 P, indeksem tiksotropowym 6-7 oraz żywotnością 100 dni w temperaturze 25°C.

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

1. Lakier elektroizolacyjny na powłoki zabezpieczające rezystory warstwowe stałe, zawierający dianową żywicę epoksydową z rozcieńczalnikiem i utwardzaczem, z n a m i e n n y t y m, że zawiera dianową żywicę epoksydową o masie cząsteczkowej 900-3500 i liczbie epoksydowej 0,02-0,25 z dodatkiem żywicy epoksydowej na bazie fenoloftaleiny o masie cząsteczkowej 400-1200 i liczbie epoksydowej 0,15-0,60; zaś jako rozcieńczalnik mieszaninę eterów mono- i diglicydylowych alkilowch o 4-8 atomach węgla w łańcuchu i arylowych o 1-2 pierścieniach aromatycznych w cząsteczce, przy czym pierścienie są skondensowane bądź przedzielone łańcuchem alifatycznym o 2-6 atomach węgla w łańcuchu oraz dodatek żywicy melaminowej będącej 90 % roztworem metylowych pochodnych melaminy w glikolu etylowym, a jako utwardzacz mieszaninę kwaśnych estrów di-, tri- i tetrakarboksylowych kwasów aromatycznych z alifatycznymi alkoholami zawierającymi 2-8 atomów węgla w łańcuchu, przy czym kompozycja zawiera na 1 część wagową dianowej żywicy epoksydowej 0,05-0,20 części wagowej żywicy epoksydowej na bazie fenoloftaleiny, 0,1-0,6 części wagowej utwardzacza, 0,1-0,3 części wagowej żywicy melaminowej oraz 0,5-1,5 części wagowej rozcieńczalnika zawierającego 10-50% eterów mono- i diglicydylowych pochodnych alifatycznych oraz 50-90% eterów mono- i diglicydylowych pochodnych aromatycznych.

2. Lakier według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że zawiera w kompozycji dodatek przyspieszacza na bazie kwaśnych estrów kwasu fosforowego z alifatycznymi alkoholami o 2-6 atomach węgla w łańcuchu w ilości 0,02-0,10 części wagowej.