



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 77337

(13) C2

(51) МПК (2006)
C09J 175/04
C07C 31/00
C08K 13/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) ОПТИЧНИЙ КЛЕЙ-КОМПАУНД ТА СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ

1

(21) а200502433

(22) 17.03.2005

(24) 15.11.2006

(46) 15.11.2006, Бюл. № 11, 2006 р.

(72) Косянчук Людмила Францівна, Тодосійчук Тамара Тимофіївна, Ліпатов Юрій Сергійович, Антоненко Оксана Іванівна, Бабіч Валентин Федорович, Перепелицина Людмила Миколаївна, Шмирьова Олександра Миколаївна

(73) ІНСТИТУТ ХІМІЇ ВИСОКОМОЛЕКУЛЯРНИХ СПОЛУК НАН УКРАЇНИ

(56) SU, 921250, A, 14.07.1980

SU, 1099606, A, 31.01.1983

US, 5247000, A, 21.09.1993

SU, 1050699, A, 30.10.1983

RU, 2246520, C1, 20.02.2005

KR, 9710859, A, 01.07.1997

US, 3202728, A, 24.08.1965

US, 4057535, A, 08.11.1977

US, 6646050, B2, 11.11.2003

(57) 1. Оптичний клей-компаунд на основі олігомеру та цільової добавки, який **відрізняється** тим, що як олігомер містить полідіетиленглікольадипінат з ММ 800 і гексаметилендіізоціанат у співвід-

2

ношенні 1:1,8-2,2, а як цільову добавку - отверджувач - суміш триметилпропану і гліцерину у співвідношенні 9:1 при такому співвідношенні компонентів, мас.ч.:

полідіетиленглікольадипінат з ММ 800 і гексаметилендіізоціанат у співвідношенні

1:1,8-2,2 100

суміш триметилпропану і гліцерину у співвідношенні 9:1

7-9.

2. Спосіб одержання оптичного клею-компаунду взаємодією олігомеру, де олігомер попередньо готують змішуванням полідіетиленглікольадипінату з ММ 800 та гексаметилендіізоціанату у співвідношенні 1:1,8-2,2 в температурному режимі 70-80°C при перемішуванні протягом 40-50 хвилин, з цільовою добавкою - отверджувачем - сумішшю триметилпропану з гліцерином у співвідношенні 9:1, яку додають в розігрітий до 55-65°C олігомер у співвідношенні 7-9м.ч. на 100м.ч. олігомеру та перемішують протягом 10-20 хвилин при цій же температурі, вакуумують для видалення бульбашок повітря і отриману прозору безбарвну рідину витримують протягом 8-10 годин при температурі 55-65°C до повного отвердження.

Винахід відноситься до клеючих речовин на основі поліуретану, які можуть бути використані в радіоелектроніці для захисту різних оптичних елементів.

Відомі прозорі оптичні матеріали на основі акрилових [1] та епоксидних [2] полімерів. Для виготовлення прозорих оптичних матеріалів використовують також уретановмісні полімери на основі олігоуретанакрилатів та каучукоподібних речовин з ОН-групами та діізоціанатів [3].

Найбільш близьким до запропонованого оптичного клею-компаунду є оптичний клей "Еластосил-1102" на основі низькомолекулярного диметилсилоксанового каучуку (СКТН) з молекулярними масами 30000 і 100000 (олігомер) та цільових добавок (наповнювачів і вулканізаторів) [4]. Клей одержують змішуванням олігомеру з цільовими

домішками.

Цей клей є оптично-прозорим в ультрафіолетовій частині спектру, використовується в температурному інтервалі -40÷+200°C. Перевагою його є холодне ствердження протягом 120 хвилин. Проте він характеризується невисокими фізико-механічними властивостями (міцність на розрив клея марки "Еластосил 1102" складає 1,5-3кг/см², а міцність на відрив скло-скло - 6кг/см²).

Завданням винаходу, що пропонується, є одержання прозорого в УФ та видимій частинах спектру оптичного клею-компаунду з високою адгезійною міцністю та стійкістю до деформації.

Поставлене завдання вирішується тим, що оптичний клей-компаунд на основі олігомеру та цільових домішок згідно з запропонованим винах і

(13) C2

(11) 77337

(19) UA

дом в якості олігомеру містить полідіетиленгліколядипінат з ММ 800 та гексаметилендіізоціанат у співвідношенні 1: 1,8-2,2, а в якості цільових домішок - твердник - суміш триметилпропану і гліцерину у співвідношенні 9:1, при наступному співвідношенні компонентів в м.ч.:

олігомер 100
отверджувач 7-9

Поставлене завдання вирішується також і тим, що за способом одержання оптичного клею-компаунду взаємодією олігомеру з цільовими добавками, згідно із запропонованим винаходом, олігомер попередньо готують змішуванням полідіетиленгліколядипінату з ММ 800 та гексаметилендіізоціанату в співвідношенні 1:1,8-2,2 в температурному режимі 70-80°C при перемішуванні протягом 40-50хв. і змішують його цільовою добавкою - отверджувачем - сумішшю триметилпропану і гліцерину у співвідношенні 9:1, яку додають в розігрій до 55-65°C олігомери у співвідношенні 7-9м.ч. на 100м.ч. олігомеру, перемішують протягом 10-20 хвилин при цій же температурі, вакуумують для видалення пухирців повітря; отриману безбарвну рідину витримують протягом 8-10 годин при температурі 55-65°C до повного отвердження.

Використання в клею-компаунді олігомеру на основі полідіетиленгліколядипінату з ММ 800 та гексаметилендіізоціанату дозволяє одержати низьков'язку систему, яка забезпечує можливість її використання без розчинників і прозорість готового клейового шву чи покриття. Його синтезують взаємодією гексаметилендіізоціанату і полідіетиленгліколядипінату з ММ 800 при співвідношенні NCO:OH=1,8-2,2-1.

Використання в клейовій композиції цільових добавок - суміші триметилпропану і гліцерину у співвідношенні 9:1 забезпечує необхідний комплекс фізико-механічних властивостей клею-компаунду.

Оптичний клею-компаунд одержують змішуванням олігомеру та цільових домішок. Отриману безбарвну рідину стверджували протягом 8-10 годин при температурі 55-65°C. Отриманий цільовий продукт характеризується високими показниками механічних характеристик: міцність на розрив становить 13-19кг/см², міцність на відрив скло-скло відповідно 13-17кг/см². Показник заломлення становить n=1,48-1,50.

Заявлений винахід проілюстровано наступни-

ми прикладами:

Приклад 1

Клей-компаунд готують таким чином: в реактор з мішалкою завантажують 100м.ч. олігомеру, підігрітого до 55°C, продувають сухим азотом і додають цільову добавку, в кількості 7м.ч., перемішують, вакуумують для видалення пухирців повітря. Одержану прозору безбарвну рідину стверджують при температурі 55°C протягом 10 годин. Міцність на розрив отриманого зразка, виміряного за ГОСТ 11262-68, міцність на відрив скло-скло, виміряного за ГОСТ 11262-68 становлять по 13кг/см². Показник заломлення n=1,48.

Аналогічно прикладу 1 готують клею-компаунд, склад та умови одержання якого наведені в таблиці 1

Таблиця 1

Приклади	Цільові добавки на 100м.ч. олігомеру, м.ч.	Температура отвердження, °C	Час отвердження, час.
1	7	55	10
2	8	60	9
3	9	65	8
4(контрольний)	12	55	8

Спосіб одержання оптичного клею компаунду проілюстровано наступними прикладами.

Приклад 1

Для приготування клею-компаунду готують олігомер таким чином: в реактор з мішалкою завантажують 1,8моля гексаметилендіізоціанату, продувають сухим азотом і при температурі 70°C додають 1моль полідіетиленгліколядипінату, інтенсивно перемішують протягом 50 хвилин. Основа може зберігатися в герметично закритій склянці в атмосфері сухого азоту протягом 5 місяців.

Клей-компаунд готують таким чином: в реактор з мішалкою завантажують 100м.ч. олігомеру, підігрітого до 55°C, продувають сухим азотом і додають цільову добавку, в кількості 7м.ч., перемішують, вакуумують для видалення пухирців повітря. Одержану прозору безбарвну рідину стверджують при температурі 55°C протягом 10 годин.

Цей і ще три приклади наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Компоненти, температура та час одержання та отвердження клею-компаунду	Склад компонентів та умови одержання клею-компаунду за прикладами			
	1	2	3	4(контрольний)
Полідіетиленгліколядипінат ММ 800, моли	1	1	1	1
Гексаметилендіізоціанат	1,8	2,0	2,2	2,5
Температура синтезу олігомеру, °C	70	75	80	85
Час синтезу олігомеру, хв.	50	45	40	35
Отверджувач на 100 м.ч. олігомеру, м.ч.	7	8	9	12
Температура змішування, C	55	60	65	80
Час змішування, хв.	20	15	10	10
Температура отвердження клею-компаунду, °C	55	60	65	80
Час отвердження клею-компаунду, час	10	9	8	7

Властивості оптичного клею-компаунду за прикладами наведені в таблиці 3

Таблиця 3

Зразок	Показник за-ломл.	Відн. подовжен-ня	Міцність на роз-рив кг/см	Міцність на відрив скло-скло, кг/см	Зовнішній вигляд
Еластосил 1102(прототип)	1,42	200-250	1,5-3	6	Прозора безбарвна рідина
Приклад 1	1,48	100	13	13	Прозора безбарвна рідина
Приклад 2	1,49	95	16	15	Прозора безбарвна рідина
Приклад 3	1,5	90	19	17	Прозора безбарвна рідина
Приклад 4 (контрольний)	1,6	80	10	8	Прозора безбарвна рідина

З таблиці 2 витікає, що запропонований оптичний клей-компаунд має покращені фізико-механічні властивості порівняно з прототипом.

Запропонований оптичний клей-компаунд є прозорим матеріалом з оптичною прозорістю в У/Ф

та видимій частинах спектру. Робоча температура використання клею -100°C - +80°C. Властивості отриманого цільового продукту наведені у таблиці 4.

Таблиця 4

N/N	Найменування показника	Показник
1	Зовнішній вигляд	Прозора безбарвна рідина без сторонніх включень
2	Термін зберігання при температурі (20±2)°C, хв.	30-40
3	Показник заломлення	1,48-1,50
4	Модуль пружності, кг/см ²	27-29
5	Міцність на розрив, кг/см ²	13-19
6	Подовження при розриві, %	90-100
7	Міцність на відрив скло-скло, кг/см ²	13-17
8	Термін зберігання основи клею-діізоціанатногоолігоефіру, міс.	4-5
9	Оптична прозорість в УФ та видимій частині спектру $\lambda=300-760$ мікрон при товщині 2мм, %	98
10	Діелектрична проникність при частоті 0,5-100кГц, температура 20+5°C	4-6
11	Тангенс кута діелектричних втрат при частоті 100кГц	0,01

Використання клею-компаунду для захисту оптичних елементів сонячних батарей та подальші випробування показали високу стійкість клею при термоциклюванні та стійкість до ультрафіолетового випромінювання. Термоциклювання проводилось в діапазоні температур -100°C - +80°C з тривалістю циклу 3 години, кількість циклів 1000. Після проведення випробувань усі параметри сонячних батарей не змінилися, оптичне покриття не мало механічних пошкоджень. Дія УФ випромінювання є

основним джерелом деградації поверхні сонячних батарей космічних апаратів внаслідок початку де-струкції полімерного покриття та клейових композицій. При ультрафіолетовому опроміненні сонячних батарей з захисною плівкою на основі заявленого оптичного клею-компаунду протягом 100 годин не виявлено погіршення їх характеристик, які наведені в таблиці 5.

Таблиця 5

Тип клею	Параметри сонячних батарей					
	Струм короткого замикання, а		Напруга холостого ходу, в		К.к.д., %	
	До випробування	після	до	після	до	після
Заявлений оптичний клей-компаунд	1,10	1,09	12,0	12,0	16,40	16,39
Еластосил 1102	1,10	1,03	12,0	11,4	16,40	15,90

На основі наведених в таблиці 4 даних слідує, що використання оптично-прозорого клею-компаунду в якості захисного прозорого покриття дає можливість збереження властивостей електронних приладів при довготривалій експлуатації.

Література:

1. Сергеев Л.В., Шепурев Э.И., Компалова Л.А., Куликова А.Е., Осинская З.А., Заматова А.В. Авт. свид. СССР, №921250 (МКИ С09J3/14). Заявл. 14.07.80 (не публикуется).

2. Труфанова К.А., Филоненко В.И., Верменская В.Л., Николаев В.М., Тицкий Г.Д., Шумейко А.Е., Нещадина Г.А. Авт. Свид. СССР № 1099606 (МКИ С09J3/16, С08L63/02). Заявл.31.01.83 (не публикуется).

3. Allan B.DnaT США 527000 (МКИ С09J109/00, С09J115/00). Заявл. 14.09.90. Опубл. 21.09.93.

4. Северный В.В., Минский Е.И., Чиркин В.С., Квасовская Н.В. Приборы и техника эксперимента.- 1972.- №3. С.176-179 (прототип).