

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08L 83/14 (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200510106910.9

[45] 授权公告日 2008 年 4 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 100378175C

[22] 申请日 2005.9.23

[21] 申请号 200510106910.9

[30] 优先权

[32] 2004.9.23 [33] DE [31] 102004046179.1

[73] 专利权人 瓦克化学股份公司

地址 德国慕尼黑

[72] 发明人 彼得·舍尔利 赫伯特·索尔拉德尔

[56] 参考文献

US 3 714 089 A 1973.1.30

US 5 486 589 A 1996.1.23

审查员 皋 锋

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
代理人 过晓东

权利要求书 3 页 说明书 13 页

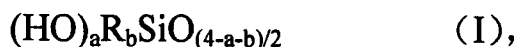
[54] 发明名称

以有机硅化合物为主要成分的可交联组合物

[57] 摘要

本发明涉及以有机硅化合物为主要成分的可交联组合物，其可用由下式单元组成的有机硅化合物制得： $(\text{HO})_a\text{R}_b\text{SiO}_{(4-a-b)/2}$ (I)，其中，R 可相同或不同，且代表任选经取代、可由杂原子间隔的单价烃基，a 是 0 或 1，及 b 是 0、1、2 或 3，其条件是：该有机硅化合物具有其中 a = 1 的式 (I) 单元，且在 25°C 下的粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒。本发明还涉及其制造方法及其用途。

1、基于有机硅化合物的可交联组合物，其可用由下式单元组成的有机硅化合物制得



其中

R 可相同或不同，且代表任选经取代、可由杂原子间隔的单价烃基，

a 是 0 或 1，及

b 是 0、1、2 或 3，

其条件是：该有机硅化合物具有 1 个其中 a = 1 的式 (I) 单元，且在 25°C 下的粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒，以 100 重量份可交联组合物为基准，由式 (I) 单元组成的有机硅化合物的含量为 0.1 至 15 重量份。

2、根据权利要求 1 所述的可交联组合物，其特征在于，所用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物为基本上呈直链型的具有下式的二有机基聚硅氧烷



其中 R 的定义与权利要求 1 相同，并选择 n 的平均值，使得式 (II) 化合物在 25°C 下测得的粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的可交联组合物，其特征在于，所用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物在 25°C 下的粘度为 10 至 500 平方毫米 / 秒。

4、根据权利要求 1 至 3 之一所述的可交联组合物，其特征在于，其为通过缩合反应而可交联的组合物。

5、根据权利要求 1 至 4 之一所述的可交联组合物，其特征在于，其可用下列成分制得

- (A) 具有至少两个羟基或至少两个可水解基团的有机硅化合物，
- (B) 由式 (I) 单元组成的有机硅化合物，及任选的
- (C) 交联剂。

6、根据权利要求 1 至 5 之一所述的可交联组合物，其特征在于，其可用下列成分制得

- (A) 式 (III) 的有机硅化合物，



其中

c 是 0、1 或 2，

R¹ 可相同或不同，且具有与 R 相同的定义，

Y 可相同或不同，且代表羟基或可水解的基团，及

d 是 200 至 10,000 的整数；

- (B) 由式 (I) 单元组成的有机硅化合物，

任选

- (C) 交联剂，

任选

- (D) 催化剂，

任选

- (E) 增塑剂，

任选

- (F) 填料，

任选

- (G) 粘着促进剂，及

任选

(H) 添加剂。

7、成型体，其通过使根据权利要求 1 至 6 之一所述的组合物发生交联而制得。

以有机硅化合物为主要成分的可交联组合物

技术领域

本发明涉及以有机硅化合物为主要成分且具有可控模量的可交联组合物、其制造方法及其用途。

背景技术

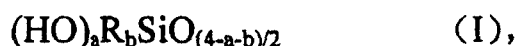
许多以有机硅化合物为主要成分的可交联组合物已经公开。在无水的情况下可以储存、在室温下遇水即硬化成弹性体的单成分密封组合物同样是已公开的。例如在建筑业中大量使用该产品。该密封组合物的主要化学成分为直链型聚合物，其由甲硅烷基封端，并具有反应性取代基，如 OH 基或可水解的基团，例如乙酰氧基。此外，该混合物通常包括填料、非反应性增塑剂及任选的交联剂、催化剂及添加剂。对于许多应用场合，期望该密封组合物的模量低，所述模量为已硬化的试样在 100% 伸长率时的应力值。由此保证接缝在拉伸时接缝侧面的拉应力尽可能低，并且避免密封组合物从基底脱离。低模量的密封剂特别需要的大链长度导致聚合物的粘度非常高，因此在未交联的状态下密封组合物难以处理。例如，这些材料难以从包装中挤出，或在使用期间具有不期望的长抽丝。

此外，通过非反应性增塑剂及活性填料的量可改变该模量，这是早已公开的。但其限制是不能任意改变，这是因为例如过多增塑剂或过少活性填料使该组合物的粘度变得太低，从而损害该膏状密封组合物的应用性能。此外，使用在部分链端处含有非反应性基团的高粘度聚合物也是已公开的。例如 US-A 6,235,832 描述了通过乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷与含有 Si-H 的交联剂的反应而制得的聚合物。但其危险是，将非反应性的高粘度成分由已硬化的密封组合物中排出会导致基底的污染。US-A 3,542,901 描述了优选高粘度的直链型聚硅氧烷在消除醇的 RTV1 系统内的用途，该系统具有随机分布的反应性及非反应性端基，其中共

具有最多仅 40% 的非反应性链端基。但这导致产品具有非期望的高硫化橡胶硬度。

发明内容

本发明涉及以有机硅化合物为基础的可交联组合物，其可用由下式单元组成的有机硅化合物制得



其中

R 可相同或不同，且代表任选经取代、可由杂原子间隔的单价烃基，

a 是 0 或 1，及

b 是 0、1、2 或 3，

其条件是：该有机硅化合物具有其中 a = 1 的式 (I) 单元，且在 25°C 下的粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒。

根据本发明使用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物优选为基本上呈直链型、具有一个优选为端基的羟基的二有机基硅氧烷，更优选为下式的二有机基聚硅氧烷



其中 R 的定义与上述相同，并选择 n 的平均值，使得式 (II) 化合物在 25°C 下测得的粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒。

虽然在式 (II) 中并未说明或并不能由二有机基聚硅氧烷一词而得知，但取决于制造的情况，最多 10 摩尔%，优选最多 1 摩尔%的二有机基硅氧烷单元可由其他硅氧烷单元加以取代，如 $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ 单元、 $\text{RSiO}_{3/2}$ 单元及 $\text{SiO}_{4/2}$ 单元，其中 R 的定义与上述相同，但这并不优选。

在本发明的范畴内，有机聚硅氧烷一词包括高聚、低聚及二聚硅氧烷。

基团 R 优选为具有 1 至 18 个碳原子的单价烃基，其任选由卤原子、氨基、醚基、酯基、环氧基、硫醇基、氰基或(聚)二醇基取代，后者由氧化乙烯单元和 / 或氧化丙烯单元组成，更优选为具有 1 至 12 个碳原子的烃基，尤其优选为甲基。

基团 R 的实例为烷基，如甲基、乙基、正丙基、异丙基、1-正丁基、2-正丁基、异丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、新戊基、叔戊基；己基，如正己基；庚基，如正庚基；辛基，如正辛基及异辛基，如 2,2,4-三甲基戊基；壬基，如正壬基；癸基，如正癸基；十二烷基，如正十二烷基；十八烷基，如正十八烷基；环烷基，如环戊基、环己基、环庚基及甲基环己基；烯基，如乙烯基、1-丙烯基及 2-丙烯基；芳基，如苯基、萘基、蒽基及菲基；烷芳基，如邻-、间-、对-甲苯基，二甲苯基及乙苯基；以及芳烷基，如苯甲基、 α -及 β -苯乙基。

经取代的基团 R 的实例为 3-氨基丙基、3-(2-氨基乙基)氨基丙基、3-环己基氨基丙基、N-环己基氨基甲基、3-环氧丙氧基丙基及 3-甲基丙烯酰氧基丙基。

由式 (I) 单元组成的有机硅化合物的实例为 $(\text{Me}_3\text{SiO})_3\text{Si-OH}$ 、 $\text{HO}(\text{SiMe}_2\text{O})_{65}\text{SiMe}_3$ 、 $\text{HO}(\text{SiViMeO})_{90}\text{SiMe}_3$ 及 $\text{HO}(\text{SiMe}_2\text{O})_{40}\text{SiViMe}_2$ ，其中 Me 为甲基，而 Vi 为乙烯基。

根据本发明使用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物尤其优选为在 25°C 下粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒的 α -羟基- ω -三烷基甲硅烷基聚二烷基硅氧烷，最优选为在 25°C 下粘度为 5 至 1000 毫帕斯卡·秒的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷。

根据本发明使用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物在 25°C 下的粘度优选为 10 至 500 平方毫米 / 秒，更优选为 20 至 200 平方毫米 / 秒。

根据本发明使用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物可根据化学上常用的方法制得，例如在氟化钾存在的情况下，通过三甲基硅烷醇与六甲基环三硅氧烷反应制得。

均以 100 重量份可交联组合物为基准, 根据本发明的组合物中由式 (I) 单元组成的有机硅化合物的含量优选为 0.1 至 15 重量份, 更优选为 0.1 至 10 重量份, 尤其优选为 0.5 至 5 重量份。

根据本发明的组合物可为任何目前已知类型的以有机硅化合物为主要成分、可交联成弹性体的组合物, 例如在室温下可硬化的单成分或二成分有机聚硅氧烷组合物 (即所谓的 RTV 组合物)。该可交联的组合物可以不含填料, 但也可含有活性或非活性填料。

这些组合物中常用成分的类型及用量是已知的。

根据本发明使用的由式 (I) 单元组成的有机硅化合物可以任意地与根据本发明的可交联组合物其他成分混合。因而它们可作为最终步骤混入其他的最终硅氧橡胶配制品中, 或可在制造硅氧橡胶混合物期间混入。但由式 (I) 单元组成的有机硅化合物也可预先混入一种或更多种所用的成分。

用以制造根据本发明的组合物的混合方法优选为简单的机械混合。取决于母液的稠度及粘度, 该混合方法可在捏和机、溶解器、Z-混合器或简单的搅拌装置内实施。该混合方法优选在降低的环境压力下实施。但在标准压力或提高的压力下也可进行混合。为简单起见, 同样优选在环境温度下实施该混合方法。但也可在提高的温度或在冷却的情况下加以混合。

根据本发明的组合物优选为通过缩合反应而可交联的组合物。

根据本发明的通过缩合作用而可交联的组合物优选可用下列成分制得

- (A) 具有至少两个羟基或至少两个可水解基团的有机硅化合物,
- (B) 由式 (I) 单元组成的有机硅化合物, 及任选的
- (C) 交联剂。

根据本发明使用的有机硅化合物 (A) 优选为以下通式者



其中

c 是 0、1 或 2,

R¹ 可相同或不同, 且具有与 R 相同的定义,

Y 可相同或不同, 且代表羟基或可水解的基团, 及

d 是 200 至 10,000 的整数, 优选为 300 至 3000 的整数, 更优选为 400 至 2000 的整数。

基团 R¹ 的实例与上述基团 R 的实例相同。

基团 R¹ 优选为具有 1 至 18 个碳原子的单价烃基, 其任选由卤原子、氨基、醚基、酯基、环氧基、硫醇基、氰基或(聚)二醇基取代, 后者由氧化乙烯单元和 / 或氧化丙烯单元组成, 更优选为具有 1 至 12 个碳原子的烃基, 尤其优选为甲基。

基团 Y 的实例为羟基以及所有目前已知的可水解基团, 如乙酰氧基、肟盐基 (oximato) 及有机基氧基, 例如烷氧基, 如乙氧基、烷氧基乙氧基及甲氧基。

基团 Y 优选为乙酰氧基及羟基, 更优选为羟基。

均在 25°C 下测量, 优选选择式 (III) 中数字 d 的平均值, 使得式 (III) 的有机聚硅氧烷的粘度为 1000 至 2,500,000 毫帕斯卡·秒, 更优选为 4000 至 800,000 毫帕斯卡·秒。

虽然在式 (III) 中并未说明, 最多 10 摩尔%的二有机基硅氧烷单元可由其他硅氧烷单元取代, 如 R¹₃SiO_{1/2} 单元、R¹SiO_{3/2} 单元及 SiO_{4/2} 单元, 其中 R¹ 的定义与上述相同。

根据本发明的组合物中所用有机聚硅氧烷 (A) 的实例为





其中 Me 是甲基，Et 是乙基，而 Vi 是乙烯基。

根据本发明的组合物中所用有机硅化合物 (A) 是可商购的产品或可根据硅化学中已知的方法制造，例如通过 α,ω -二羟基聚有机硅氧烷与对应的有机基氧基硅烷的反应。

根据本发明的组合物中任选使用的交联剂 (C)，可使用目前在由缩合作用而可交联的组合物中使用的所有交联剂，例如具有至少三个选自乙酰氧基、胍盐基及有机基氧基的可水解基团的交联剂。

交联剂 (C) 的实例为有机基氧基硅烷、胍基硅烷及乙酰氧基硅烷及其部分水解产物，例如甲基三乙酰氧基硅烷、乙基三乙酰氧基硅烷、丙基三乙酰氧基硅烷、乙烯基三乙酰氧基硅烷、四乙氧基硅烷、四异丙氧基硅烷、四正丙氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、乙烯基三甲氧基硅烷及乙烯基三乙氧基硅烷，以及它们的部分水解产物。

该部分水解产物可为部分同质水解产物，即一种有机硅化合物的部分水解产物，也可为部分共水解产物，即至少两种不同有机硅化合物的部分水解产物。

若根据本发明的组合物中任选使用的交联剂 (C) 是有机硅化合物的部分水解产物，则优选为具有最多 6 个硅原子者。

交联剂 (C) 优选使用甲基三乙酰氧基硅烷、乙基三乙酰氧基硅烷、丙基三乙酰氧基硅烷及乙烯基三乙酰氧基硅烷和 / 或其部分水解产物。

均以 100 重量份的成分 (A) 为基准，若根据本发明的组合物中使用交联剂 (C)，则其使用量优选为 0.05 至 10 重量份，更优选为 0.2 至 5 重量份。

根据本发明的组合物中任选使用的交联剂(C)是可商购的产品或可根据硅化学中已知的方法制造。

除上述成分(A)、(B)及任选的(C)以外,根据本发明的组合物可包括目前在由缩合反应而可交联的组合物中使用的所有其他物质,例如催化剂(D)、增塑剂(E)、填料(F)、粘着促进剂(G)及添加剂(H)。

任选使用的催化剂(D)的实例是目前已知的钛化合物及有机锡化合物,如二月桂酸二正丁基锡及二乙酸二正丁基锡、氧化二正丁基锡、二乙酸二辛基锡、二月桂酸二辛基锡、氧化二辛基锡以及这些化合物与诸如四乙氧基硅烷的烷氧基硅烷的反应产物,其中优选为在硅酸四乙基酯水解产物内的二乙酸二正丁基锡及氧化二丁基锡,更优选为在硅酸四乙基酯水解产物内的氧化二正丁基锡。

均以100重量份的成分(A)为基准,若根据本发明的组合物包括催化剂(D),则其含量优选为0.01至3重量份,更优选为0.05至2重量份。

任选使用的增塑剂(E)的实例是室温下呈液态、由三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷,尤其是25℃下的粘度在50至1000毫帕斯卡·秒的范围内者,以及高沸点烃类,例如由环烷单元及石蜡单元组成的石蜡油或矿物油。

均以100重量份的有机聚硅氧烷(A)为基准,根据本发明的组合物中增塑剂(E)的含量优选为0至300重量份,更优选为10至200重量份,尤其优选为20至100重量份。

任选使用的填料(F)的实例为非增强型填料,即BET比表面积最大为50平方米/克的填料,如石英、硅藻土、硅酸钙、硅酸锆、沸石、金属氧化物粉末,如氧化铝、氧化钛、氧化铁或氧化锌,或其混合氧化物,硫酸钡、碳酸钙、石膏、氮化硅、碳化硅、氮化硼、玻璃粉及塑料粉,如聚丙烯腈粉末;增强型填料,即BET比表面积大于50平方米/克的填料,如热解法制造的二氧化硅、沉积二氧化硅、沉积型白垩、炭

黑，如炉黑及乙炔黑，以及 BET 比表面积大的硅 - 铝混合氧化物；纤维状填料，如石棉以及塑料纤维。上述填料可加以疏水化，例如通过用有机硅烷或有机硅氧烷或用硬脂酸加以处理，或通过羟基的醚化作用而生成烷氧基。若使用填料 (F)，优选为亲水性热解二氧化硅及沉积型或经研磨的碳酸钙。

均以 100 重量份的有机聚硅氧烷 (A) 为基准，根据本发明的组合合物中填料 (F) 的含量优选为 0 至 300 重量份，更优选为 1 至 200 重量份，尤其优选为 5 至 200 重量份。

根据本发明的组合合物中所用粘着促进剂 (G) 的实例为硅烷及具有诸如环氧丙氧基丙基、氨基丙基或甲基丙烯酰氧基丙基的官能团的有机聚硅氧烷，以及四烷氧基硅烷。但若诸如硅氧烷 (A) 或交联剂 (C) 的其他成分已具有所述的官能基团，则可不添加粘着促进剂。

均以 100 重量份的有机聚硅氧烷 (A) 为基准，根据本发明的组合合物中粘着促进剂 (G) 的含量优选为 0 至 50 重量份，更优选为 1 至 20 重量份，尤其优选为 1 至 10 重量份。

添加剂 (H) 的实例为颜料、染料、香料、氧化抑制剂、影响电学性能的试剂，如电导黑，阻燃剂、光致老化保护剂及延长皮膜形成时间的试剂，如具有 SiC 键结硫醇基烷基的硅烷，小孔产生剂，如偶氮二甲酰胺，热稳定剂及触变效应试剂，如磷酸酯，以及有机溶剂。

均以 100 重量份的有机聚硅氧烷 (A) 为基准，根据本发明的组合合物中添加剂 (H) 的含量优选为 0 至 100 重量份，更优选为 0 至 30 重量份，尤其优选为 0 至 10 重量份。

根据本发明的组合合物特别优选可用下列成分制造

(A) 式 (III) 的有机硅化合物，

(B) 由式 (I) 单元组成的有机硅化合物，

任选

(C) 交联剂，

任选

(D) 催化剂,

任选

(E) 增塑剂,

任选

(F) 填料,

任选

(G) 粘着促进剂, 及

任选

(H) 添加剂。

制造根据本发明的组合物尤其不使用除成分(A)、(B)、(C)、(D)、(E)、(F)、(G)及(H)以外的其他成分。

为制造根据本发明的组合物,可以任意的顺序将所有成分相互混合,例如成分(A)和(B)任选与成分(C)、(D)、(E)及(F)混合。但例如也可将成分(B)与(C)预先混合,然后继续将该预混合物与其余的成分混合。若存在Si-OH基,则会发生所谓的封端反应。可在室温及环境大气压力,即约900至1100百帕斯卡下实施混合。若期望,也可在更高或更低的温度下实施混合,例如35°C至135°C或0至20°C范围内的温度,或在更高或更低的压力下实施混合。在此情况下,一种或更多种所用的成分还可在原位制造。

根据本发明的组合物的单个成分可为一种成分或为至少两种不同成分的混合物。

在室温及环境大气压力下,根据本发明的组合物优选为可流动的或为稳定的膏状物。

通常空气的水含量足以使根据本发明的组合物发生交联。根据本发明的组合物优选在室温下实施交联。若期望,其还可在高于室温或低于

室温的温度下发生交联，例如-5℃至 15℃或 30℃至 50℃，和 / 或在水浓度高于空气正常水含量的情况下实施交联。

优选在 100 至 1100 百帕斯卡的压力下，更优选在环境大气压力下实施交联。

本发明还涉及通过本发明组合物的交联而制成的成型体。

根据本发明的组合物可用于无水情况下可以储存、在室温下遇水即发生交联而生成弹性体的组合物可以使用的所有应用场合。

因此，根据本发明的组合物突出地适于用作例如接缝的密封组合物，包括垂直接缝，以及建筑物、车、船及飞机的内径为 10 至 40 毫米的类似空穴，或用作粘着剂或胶合组合物，例如窗体建造，以及例如用于制造保护涂层，包括淡水或海水经常作用的曝露的表面，或止滑涂层，或橡胶弹性成型体以及用于电或电子装置的绝缘。

根据本发明的组合物的优点为，其可用简单的方式方法制造并可使用容易获得的起始原料。

根据本发明的组合物的优点是易于处理。

此外，根据本发明的可交联组合物的优点是，其储存稳定性非常高且交联速率高。

根据本发明的可交联组合物的优点特别是，可提供具有可控模量的密封组合物，其中该模量可通过添加由式 (I) 单元组成的有机硅化合物在宽泛的范围内容易地加以调节。

具体实施方式

下述实施例中的所有粘度数据均是基于 25℃ 的温度。除非另有说明，下列实施例均在环境大气压力下，即约 1000 百帕斯卡下，且在室温下，即约 23℃ 下，或在未额外加热或冷却在室温下将反应物组合在一起所产生的温度下，以及相对湿度约为 50% 的情况下加以实施。除非另有说明，所有份数及百分比的数据均是基于重量。

实施例中所用的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷是依照 US-A 5,223,595 用氟化钾作为催化剂通过三甲基硅烷醇与六甲基环三硅氧烷的反应而制得。

实施例 1

于行星式混合器内，将 1400 克粘度为 80,000 毫帕斯卡·秒的 α,ω -二羟基聚二甲基硅氧烷、707 克粘度为 100 毫帕斯卡·秒的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷、17 克粘度为 100 毫帕斯卡·秒的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷与 76 克乙基三乙酰氧基硅烷及 33 克甲基三乙酰氧基硅烷混合 5 分钟。随后混入 182 克比表面积为 150 平方米/克的热解二氧化硅（可商购，商标名为 HDK[®] V15，Wacker 化学有限公司，慕尼黑，德国）。于真空中均匀化 20 分钟之后，在真空中混入 0.24 克二乙酸二丁基锡。将制得的产品分装在可商购的防潮聚乙烯圆筒中。

储存 24 小时之后，用 2 毫米的喷嘴在 6.1 巴的压力下测定压出速率。

为测定肖氏 A 硬度，根据 ISO 868，将已分装的组合物在储存 24 小时之后，使其交联成为 6 毫米小片。

为测定断裂伸长率及模量（100%伸长率时的应力），同样将该已分装的组合物储存 24 小时之后，使其交联成为根据 ISO 8339 的 H 试样（硬化：在 21°C 及 50% 的空气湿度下，历时 4 周）。

结果列于表 1。

实施例 2

重复实施例 1 中所述的程序，区别在于：用 28 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 696 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷取代 17 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 706 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷。

结果列于表 1。

实施例 3

重复实施例 1 中所述的程序，区别在于：用 39 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 685 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷取代 17 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 706 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷。

结果列于表 1。

实施例 4

重复实施例 1 中所述的程序，区别在于：用 51 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 673 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷取代 17 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 706 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷。

结果列于表 1。

实施例 5

重复实施例 1 中所述的程序，区别在于：用 62 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 662 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷取代 17 克的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷及 706 克的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷。

结果列于表 1。

实施例 6

在一个实验室溶解器中，将 17 克粘度为 100 毫帕斯卡·秒的 α -羟基- ω -三甲基甲硅烷基聚二甲基硅氧烷与 26 克的乙基三乙酰氧基硅烷及 13 克的甲基三乙酰氧基硅烷混合 5 分钟，通过 Si-OH 基与交联剂分子的封端反应而释放乙酸（预混合物）。

于行星式混合器内，将 1400 克粘度为 80,000 毫帕斯卡·秒的 α,ω -二羟基聚二甲基硅氧烷、707 克粘度为 100 毫帕斯卡·秒的三甲基甲硅烷基封端的聚二甲基硅氧烷（PDMS）、50 克的乙基三乙酰氧基硅烷及

20 克的甲基三乙氧基硅烷混合 5 分钟。随后将以上所制的预混合物混入，然后混入 182 克比表面积为 150 平方米 / 克的热解二氧化硅（可商购，商标名为 HDK[®] V15，Wacker 化学有限公司，慕尼黑，德国）。于真空中均匀化 20 分钟之后，在真空中混入 0.24 克的二乙酸二丁基锡。将制得的产品分装在可商购的防潮聚乙烯圆筒内，并依照实施例 1 中所述的程序继续进行。

结果列于表 1。

表 1

实施例	1	2	3	4	5	6
压出速率(克 / 分钟)	322	342	355	355	355	312
硬度(肖氏 A)	17	15	15	13	12	17
断裂伸长率(%)	432	445	517	523	545	426
模量(牛顿 / 毫米)	0.35	0.33	0.29	0.28	0.27	0.35