



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111148793 B

(45) 授权公告日 2022.07.08

(21) 申请号 201780095022.2

T·安徒生

(22) 申请日 2017.09.29

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

(65) 同一申请的已公布的文献号

司 31100

申请公布号 CN 111148793 A

专利代理师 郭辉 胡嘉倩

(43) 申请公布日 2020.05.12

(51) Int.Cl.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

C08L 83/04 (2006.01)

2020.03.19

(56) 对比文件

(86) PCT国际申请的申请数据

WO 2015022998 A1, 2015.02.19

PCT/CN2017/104363 2017.09.29

US 2008057325 A1, 2008.03.06

(87) PCT国际申请的公布数据

WO 2004072181 A2, 2004.08.26

W02019/061290 EN 2019.04.04

US 2004254275 A1, 2004.12.16

审查员 陈洁

(73) 专利权人 美国陶氏有机硅公司

地址 美国密歇根州

(72) 发明人 郑艳 曹中伟 D·克莱耶尔

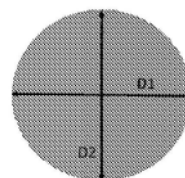
权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54) 发明名称

包含填料的有机硅组合物

(57) 摘要

一种组合物,所述组合物包含:(A)有机聚硅氧烷、(B)填料和(C)填料处理剂,所述填料处理剂包含具有通式(I)和(II)的两种有机聚硅氧烷的混合物, $R^1R^2R^3Si-[(CH_2)_{n1}(Me_2SiO)_{m1}]_r-[O-(Me_2SiO)_{m3}]_p-(Me_2Si)_o(CH_2)_{n2}(Me_2SiO)_{m2}-(CH_2)_{n3}-Si(OR^4)_3$ (I),其中“Me”为甲基基团, R^1 、 R^2 和 R^3 独立地选自具有1至20个碳原子的烷基基团、具有2至4个碳原子的烯基基团、具有1至3个碳原子的烷氧基基团或者 $-(OSiR^7R^8R^9)$,其中 R^7 、 R^8 和 R^9 独立地选自具有1至4个碳原子的烷基基团, R^4 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $n2$ 、 $m1$ 、 $m3$ 和 o 为1至200的整数, $m2$ 、 $n3$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0, $(R^5O)_3Si-[(CH_2)_{n1}(Me_2SiO)_{m1}]_r-(CH_2)_{n4}-[O-(Me_2SiO)_{m3}]_p-(Me_2Si)_o-(CH_2)_{n2}-(Me_2SiO)_{m2}-(CH_2)_{n3}-Si(OR^6)_3$ (III),其中 R^5 和 R^6 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $m1$ 、 $m3$ 、 o 和 $n2$ 为1至200的整数, $n3$ 、 $n4$ 、 $m2$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0。



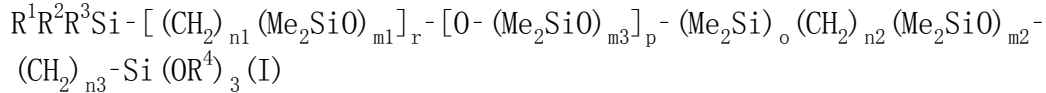
流动性D=D1 + D2

1. 一种组合物,所述组合物包含:

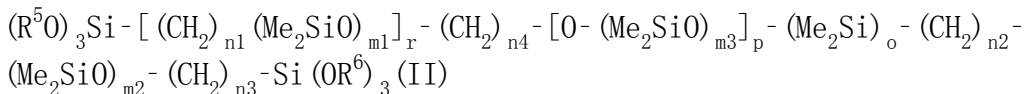
(A) 有机聚硅氧烷,

(B) 填料和

(C) 填料处理剂,所述填料处理剂包含具有通式 (I) 和 (II) 的两种有机聚硅氧烷的混合物



其中“Me”为甲基基团, R^1 、 R^2 和 R^3 独立地选自具有1至20个碳原子的烷基基团、具有2至4个碳原子的烯基基团、具有1至3个碳原子的烷氧基基团或者 $-(OSiR^7R^8R^9)$,其中 R^7 、 R^8 和 R^9 独立地选自具有1至4个碳原子的烷基基团, R^4 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $n2$ 、 $m1$ 、 $m3$ 和 o 为1至200的整数, $m2$ 、 $n3$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0,



其中 R^5 和 R^6 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $m1$ 、 $m3$ 、 o 和 $n2$ 为1至200的整数, $n3$ 、 $n4$ 、 $m2$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0,

其中由式 (I) 表示的所述有机聚硅氧烷与由式 (II) 表示的所述有机聚硅氧烷 ((I) / (II)) 的摩尔比为2至15。

2. 根据权利要求1所述的组合物,其中所述式 (I) 的 R^1 为具有4至20个碳原子的烷基基团,并且 R^2 和 R^3 各自为具有1至4个碳原子的烷基基团。

3. 根据权利要求1所述的组合物,其中基于所述组合物的重量计,所述填料的量为50至95重量%。

4. 根据权利要求1所述的组合物,其中所述填料为导热填料。

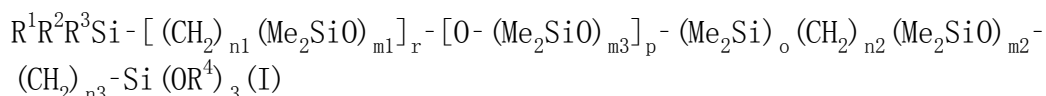
5. 一种包含填料的固化的有机硅材料,其中所述固化的有机硅材料由权利要求1所述的组合物形成。

6. 根据权利要求5所述的固化的有机硅材料,其中所述填料为导热填料。

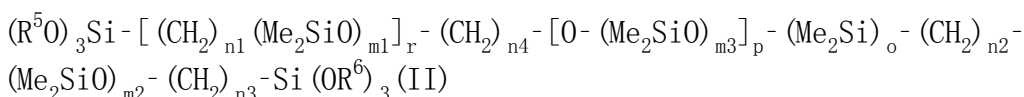
7. 根据权利要求6所述的固化的有机硅材料,其中在以下条件下,所述材料的热导率为1.5W/m.K或以上:热传导分析仪,在80°C下30min的固化的样品,9mm厚。

8. 根据权利要求5所述的固化的有机硅材料,其中所述材料选自橡胶、凝胶、油脂、浆液、糊剂和密封剂。

9. 一种用于有机硅材料的填料处理剂,其中所述填料处理剂包含具有通式 (I) 和 (II) 的两种有机聚硅氧烷的混合物,



其中“Me”为甲基基团, R^1 、 R^2 和 R^3 独立地选自具有1至20个碳原子的烷基基团、具有2至4个碳原子的烯基基团、具有1至3个碳原子的烷氧基基团或者 $-(OSiR^7R^8R^9)$,其中 R^7 、 R^8 和 R^9 独立地选自具有1至4个碳原子的烷基基团, R^4 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $n2$ 、 $m1$ 、 $m3$ 和 o 为1至200的整数, $m2$ 、 $n3$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0,



其中 R^5 和 R^6 为具有1至4个碳原子的烷基基团, n_1 、 m_1 、 m_3 、 o 和 n_2 为1至200的整数, n_3 、 n_4 、 m_2 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0;

并且由式(I)表示的所述有机聚硅氧烷与由式(II)表示的所述有机聚硅氧烷((I)/(II))的摩尔比为2至15。

包含填料的有机硅组合物

技术领域

[0001] 本发明整体涉及一种包含填料的有机硅组合物。所述有机硅组合物可包含大量填料,而不会降低所述组合物的良好处理和模塑性能,因此所述组合物适用于需要包含大量导热填料的导热有机硅组合物。

背景技术

[0002] 固化的有机硅(有机聚硅氧烷)材料通常包含填料,以改善其性能,诸如机械强度、电导率或热导率。特别是在某些技术领域,导热性是必需的,因为有机聚硅氧烷本身并不导热。

[0003] 热管理在诸如集成电路(ICs)、发光二极管(LEDs)、中央处理单元(CPUs)和印刷电路板等电子器件的各个方面都是至关重要的。这些器件的性能可直接受到工作温度的影响。与较高温度下的操作相比,降低这些器件的操作温度通常会延长寿命并改善性能。

[0004] 通常情况下,电子器件产生的热量是使用导热材料来去除和消散的。导热有机硅组合物已被开发为两个表面之间的高效传热材料。所述组合物通常包含有机硅基体树脂中导热填料的分散体,并以橡胶、凝胶、油脂或密封剂的形式提供导热材料。为了改善有机硅材料的热导率,必须在基体树脂中添加大量导热填料。

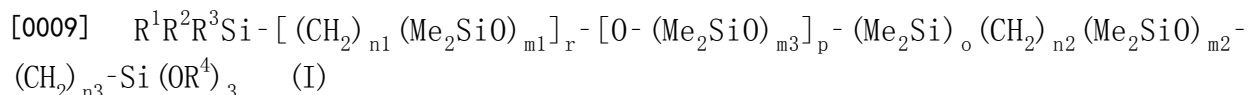
[0005] 然而,较高的导热填料含量会导致所述组合物的粘度增加,从而使所述组合物的处理和模塑性能显著下降。为了改善填料在具有良好处理和模塑性能的有机硅基体树脂中的分散性,已使用填料处理剂并将其添加到例如US6,306,951B、US8,383,005B、US6,844,393B、US8,119,758B、JP04495749B、US7,547,743B、JP2013124257A、US7,329,706B和US7,291,671B中所述的有机硅组合物中。

发明内容

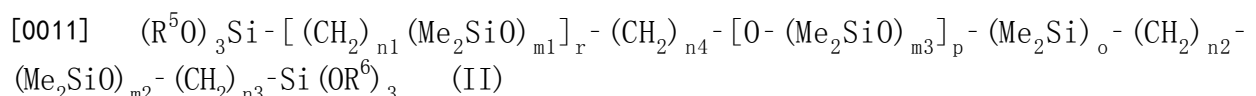
[0006] 本发明提供了一种尽管含有大量填料但仍具有良好处理性能的有机硅组合物。

[0007] 本发明的一个方面涉及一种包含(A)有机聚硅氧烷、(B)填料和(C)填料处理剂的组合物,其中所述填料处理剂包含具有通式(I)和(II)的两种有机聚硅氧烷的混合物,

[0008] 式(I):



[0010] 其中“Me”为甲基基团, R^1 、 R^2 和 R^3 独立地选自具有1至20个碳原子的烷基基团、具有2至4个碳原子的烯基基团、具有1至3个碳原子的烷氧基基团或者 $-(\text{OSiR}^7\text{R}^8\text{R}^9)$,其中 R^7 、 R^8 和 R^9 独立地选自具有1至4个碳原子的烷基基团, R^4 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $n2$ 、 $m1$ 、 $m3$ 和 o 为1至200的整数, $m2$ 、 $n3$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0,式(II):



[0012] 其中 R^5 和 R^6 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $m1$ 、 $m3$ 、 o 和 $n2$ 为1至200的整数,

n_3 、 n_4 、 m_2 、 r 和 p 为0至200的整数， r 和 p 不同时为0。

[0013] 在另一方面，本发明涉及一种包含填料的固化的有机硅材料，其中所述固化的有机硅材料由上述组合物形成。

[0014] 在又一方面，本发明涉及一种用于有机硅材料的填料处理剂，其中所述填料处理剂包含具有上述通式(I)和(II)的两种有机聚硅氧烷的混合物，并且由式(I)表示的有机聚硅氧烷与由式(II)表示的有机聚硅氧烷((I)/(II))的摩尔比为2至15。

附图说明

[0015] 图1是测量样品水平流动性时分散样品的顶视图。

具体实施方式

[0016] 本发明的组合物包含(A)有机聚硅氧烷、(B)填料和(C)填料处理剂，所述填料处理剂包含两种特定的有机聚硅氧烷的混合物。

[0017] (A)有机聚硅氧烷

[0018] 所述组合物中使用的有机聚硅氧烷为基体聚合物，或在所述组合物固化后成为基体聚合物。所述有机聚硅氧烷的一个示例是一种可固化的可交联有机聚硅氧烷。所述有机聚硅氧烷的分子结构可以是直链、支链、部分支化的直链或树枝状结构。优选地，所述有机聚硅氧烷的分子结构为直链或部分支化的直链结构。所述有机聚硅氧烷的粘度优选地为20至100,000mPa·s，更优选地为50至100,000mPa·s，并且甚至更优选地为100至50,000mPa·s。当所述组合物通过氢化硅烷化反应固化时，所述有机聚硅氧烷具有至少0.05重量%的有机硅键合的烯基基团、优选地至少0.2重量%的有机硅键合的烯基基团、并且更优选地至少0.8重量%的有机硅键合的烯基基团。此类烯基基团的示例包括但不限于乙烯基、烯丙基、丁烯基、戊烯基和己烯基。当所述组合物通过缩合反应固化时，所述有机聚硅氧烷每分子具有至少有两个羟基基团或可水解的基团，其中这些基团连接到有机硅原子。连接至有机硅原子的羟基基团或可水解的基团的量优选地为至少0.05重量%，更优选地为至少0.5重量%，并且甚至更优选地为至少0.8重量%。所述可水解的基团与大气中的水分发生反应，并且形成羟基基团。所述有机聚硅氧烷中的羟基基团可以与交联剂进一步交联。所述可水解的基团的示例包括但不限于烷氧基基团，诸如甲氧基、乙氧基和丙氧基；链烯氧基基团，诸如乙烯氧基、丙烯氧基、异丙烯氧基和1-乙基-2-甲基乙烯氧基；烷氧基烷氧基，诸如甲氧基乙氧基、乙氧基乙氧基和甲氧基丙氧基；酰氧基基团，诸如乙酰氧基和辛酰氧基；酮肟基团，诸如二甲基酮肟和甲基乙基酮肟；氨基基团，诸如二甲氨基、二乙氨基和丁基氨基；氨氧基基团，诸如二甲基氨氧基和二乙基氨氧基，以及酰胺基团，诸如N-甲基乙酰胺和N-乙基乙酰胺。

[0019] 所述有机聚硅氧烷的示例包括，但不限于，二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷；甲基苯基乙烯基甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷；二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基苯基硅氧烷共聚物；二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物；三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物；二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的甲基(3,3,3-三氟丙基)聚硅氧烷；硅烷醇封端的二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物；硅烷醇封端的二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅

氧烷-甲基苯基硅氧烷共聚物；由 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元、 $(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元、 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 硅氧烷单元和 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}$ 硅氧烷单元组成的有机硅氧烷共聚物；硅烷醇封端的二甲基聚硅氧烷；硅烷醇封端的二甲基硅氧烷-甲基苯基硅氧烷共聚物；三甲氧基甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷；三甲氧基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基苯基硅氧烷共聚物；甲基二甲氧基甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷以及它们中两种或更多种的混合物。

[0020] 基于所述组合物的重量计，有机聚硅氧烷的量优选地为1至40重量%，更优选地为5%至30重量%，并且甚至更优选地为5至20重量%。

[0021] (B) 填料

[0022] 所述组合物中使用的填料通常是改善固化的有机硅材料性能的颗粒。此类填料的示例包括，但不限于，增强填料、导电填料和导热填料。在本发明中，优选导热填料。导热填料的热导率优选地为20W/mK或更高，更优选地为50W/mK或更高，并且甚至更优选地为100W/mK或更高。此类导热填料的示例包括，但不限于，氮化硼(BN)、氮化铝(AlN)、氧化镁(MgO)、氮化硅(Si_3N_4)、氧化铝(Al_2O_3)、石墨、碳纳米管、碳纤维、炭黑以及诸如银、铜、铝、镍和铁的金属颗粒。

[0023] 所述填料的平均粒度优选地0.1至200微米，更优选地为0.1至100微米，并且甚至更优选地为0.1至50微米。

[0024] 基于所述组合物的重量计，所述组合物中填料的量为50至95重量%，并且优选地为80至95重量%。

[0025] (C) 包含两种特定的有机聚硅氧烷的混合物的填料处理剂

[0026] 本公开中的术语“填料处理剂”是指可以通过化学或物理方式与填料表面结合的试剂，其结果是可以增加有机硅组合物中的填料量。在不希望受到理论约束的情况下，认为用于本发明中的填料处理剂可以增加经处理的填料与基体聚合物之间的相容性，因此组合物可包含大量的填料。在一些情况下，填料处理剂可与填料表面上的官能团(诸如羟基基团)反应。

[0027] 所述组合物中使用的填料处理剂是两种特定的有机聚硅氧烷的混合物。所述两种有机聚硅氧烷由下式(I)和(II)表示。

[0028] 式(I)

[0029]
$$\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{Si}-[(\text{CH}_2)_{n_1}(\text{Me}_2\text{SiO})_{m_1}]_r-[\text{O}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{m_3}]_p-(\text{Me}_2\text{Si})_o(\text{CH}_2)_{n_2}(\text{Me}_2\text{SiO})_{m_2}-$$

$$(\text{CH}_2)_{n_3}-\text{Si}(\text{OR}^4)_3 \quad (\text{I})$$

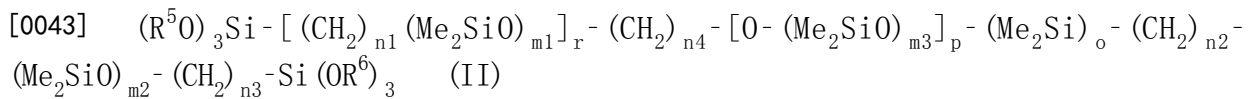
[0030] 在式(I)中，“Me”为甲基基团。 R^1 、 R^2 和 R^3 独立地选自具有1至20个碳原子的烷基基团、具有2至4个碳原子的烯基基团、具有1至3个碳原子的烷氧基基团或者 $-(\text{OSiR}^7\text{R}^8\text{R}^9)$ ，其中 R^7 、 R^8 和 R^9 独立地选自具有1至4个碳原子的烷基基团。 R^4 为具有1至4个碳原子的烷基基团， n_1 、 n_2 、 m_1 、 m_3 和 o 为1至200的整数， m_2 、 n_3 、 r 和 p 为0至200的整数， r 和 p 不同时为0。优选地， m_1 和 m_3 为5至200的整数。

[0031] 在不希望受到理论约束的情况下，认为式(I)化合物可通过化学键或物理键容易地结合到填料的表面上，并且通过有机聚硅氧烷(基体聚合物)赋予填料更好的亲和力，从而使有机硅组合物即使加载大量的填料时也可流动并且具有良好的可加工性。

[0032] 由式(I)表示的化合物的示例包括，但不限于：

- [0033] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0034] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0035] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{125}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0036] $(\text{OSiMe}_3)_2\text{SiMe}-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0037] $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{25}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0038] $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0039] $(\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{65}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3)$,
- [0040] 和 $(\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{115}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3)$,
- [0041] (在这些式中,“Vi”是指乙烯基基团。)

[0042] 式(II)



[0044] 式(II)中, R^5 和 R^6 为具有1至4个碳原子的烷基基团, $n1$ 、 $m1$ 、 $m3$ 、 o 和 $n2$ 为1至200的整数, $n3$ 、 $n4$ 、 $m2$ 、 r 和 p 为0至200的整数, r 和 p 不同时为0。优选地, $m1$ 和 $m3$ 为5至200的整数。

[0045] 由式(II)表示的化合物的示例包括,但不限于:

- [0046] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0047] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0048] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{125}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0049] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{25}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0050] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$,
- [0051] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{65}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和
- [0052] $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{115}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 。

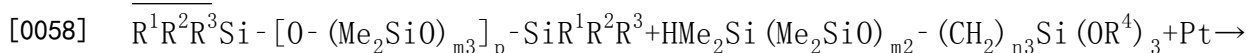
[0053] 式(I)化合物与式(II)化合物((I)/(II))的摩尔比为2至15,并且优选地为6至12。

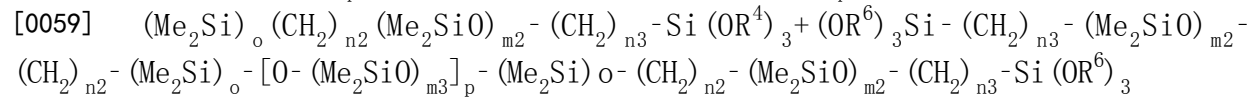
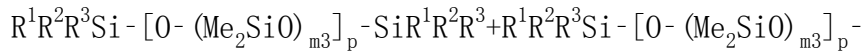
[0054] 尽管所述组合物包含大量导热填料,但所述两种特定的有机聚硅氧烷的混合物具有良好的处理性能。在不希望被理论束缚的情况下,认为所述两种特定的有机聚硅氧烷在所述组合物中共同作为填料处理剂,增加了填料与基体聚合物之间的相容性。由于式(I)和(II)化合物具有末端烷氧基基团,因此它们可与填料表面上的羟基基团反应。此外,两种不同化合物的混合物可降低包含大量填料的化合物的粘度,并且有助于改善粘度稳定性,而不是单一使用所述化合物中的一种。

[0055] 基于所述组合物的重量计,所述组合物中的填料处理剂的量为0.1至20重量%,并且优选地0.1至10重量%。

[0056] 所述填料处理剂可通过各种反应制备,所述反应的示例为以下三种方法,示于下面的方案1至3中。

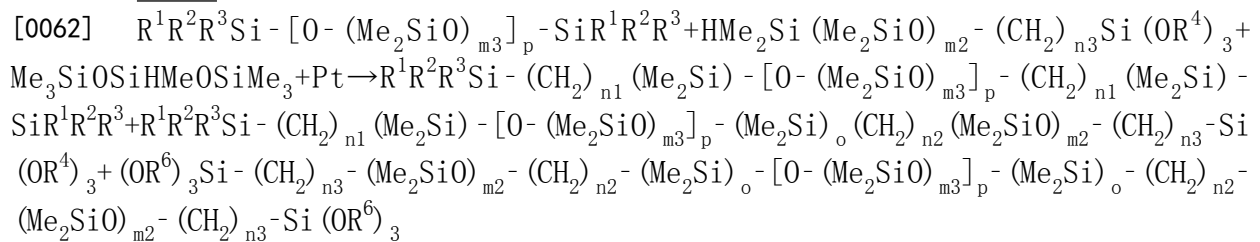
[0057] 方案1:





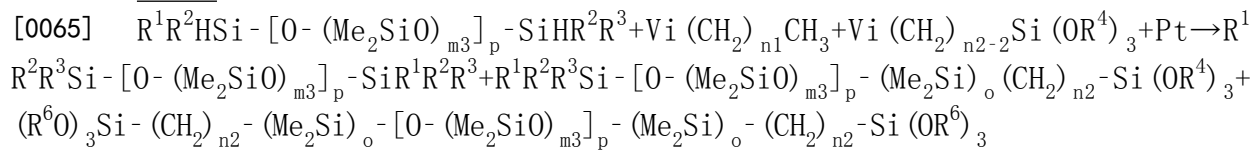
[0060] 该反应是双烯基基团封端的有机聚硅氧烷与具有SiH基团的有机硅氧烷的氢化硅烷化。氢化硅烷化催化剂是本领域已知的,但以氯铂酸、铂的烯烃络合物、铂的烯基硅氧烷络合物、铂/氧化铝和铂/炭举例说明。在所述催化剂中,铂/氧化铝和铂/炭是优选的。 $[R^1R^2R^3Si-[O-(Me_2SiO)_{m_3}]_p-SiR^1R^2R^3]$ 与 $[HMe_2Si(Me_2SiO)_{m_2}-(CH_2)_{n_3}Si(OR^4)_3]$ 的摩尔比为2至10,并且优选地为2至6。所述催化剂与所述催化剂中的金属 $[R^1R^2R^3Si-[O-(Me_2SiO)_{m_3}]_p-SiR^1R^2R^3]$ 的重量比为0.01至1000ppm,并且优选地为0.1至500ppm。反应温度基本上为40至120℃,并且反应时间为30至240分钟。冷却至室温后,通过过滤可将得到的混合物与催化剂分离,并且可在真空下去除未反应的原料和副产物。

[0061] 方案2:



[0063] 该反应是双烯基基团封端的有机聚硅氧烷与具有SiH基团的有机硅氧烷的氢化硅烷化。氢化硅烷化催化剂是本领域已知的,但以氯铂酸、铂的烯烃络合物、铂的烯基硅氧烷络合物、铂/氧化铝和铂/炭举例说明。在所述催化剂中,铂/氧化铝和铂/炭是优选的。 $Me_3SiOSiHMeOSiMe_3$ 与 $HMe_2Si(Me_2SiO)_{m_2}-(CH_2)_{n_3}Si(OR^4)_3$ 的摩尔比为2至10,并且优选地为3至8。所述催化剂与所述催化剂中的金属 $[R^1R^2R^3Si-[O-(Me_2SiO)_{m_3}]_p-SiR^1R^2R^3]$ 的重量比为0.01至1000ppm,并且优选地为0.1至500ppm。反应温度基本上为40至120℃,并且反应时间为30至240分钟。冷却至室温后,通过过滤可将得到的混合物与催化剂分离,并且可在真空下去除未反应的原料和副产物。

[0064] 方案3:



[0066] 该反应是双氢基团封端的有机聚硅氧烷与烯烃和烯基三甲氧基硅烷的氢化硅烷化。氢化硅烷化催化剂是本领域已知的,但以氯铂酸、铂的烯烃络合物、铂的烯基硅氧烷络合物、铂/氧化铝和铂/炭举例说明。在所述催化剂中,铂/氧化铝和铂/炭是优选的。 $Vi(CH_2)_{n_1}CH_3$ 与 $Vi(CH_2)_{n_2-2}Si(OR^4)_3$ 的摩尔比为2至10,并且优选地为3至8。所述催化剂与所述催化剂中的金属 $[R^1R^2HSi-[O-(Me_2SiO)_{m_3}]_p-SiHR^2R^3]$ 的重量比为0.01至1000ppm,优选地为0.1至500ppm。反应温度基本上为40至120℃,并且反应时间为30至240分钟。冷却至室温后,通过过滤可将得到的混合物与催化剂分离,并且可在真空下去除未反应的原料和副产物。

[0067] (D) 其它组分

[0068] 本发明的组合物可由固化剂固化。

[0069] 当所述组合物通过氢化硅烷化反应固化时,固化剂包含铂催化剂和有机聚硅氧

烷,所述有机聚硅氧烷每分子平均包含至少两个硅键合的氢原子。有机聚硅氧烷的分子结构可以为直链、部分支化的直链、环状和树枝状结构。所述有机聚硅氧烷可以为均聚物、或共聚物、或这些聚合物的混合物。有机聚硅氧烷的示例包括,但不限于,二甲基氢甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷;三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基氢硅氧烷共聚物;二甲基氢甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基氢硅氧烷共聚物;由 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元、 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元、 $\text{SiO}_{4/2}$ 硅氧烷单元、以及它们的两种或更多种的混合物组成的有机硅氧烷共聚物。设定了有机聚硅氧烷的量,使得在组分(A)内的基体树脂的每1摩尔SiVi基团中有机聚硅氧烷的SiH优选地为0.2至2.0摩尔。

[0070] 合适的铂催化剂是本领域已知的,并且示例包括,但不限于,氯铂酸、铂的烯炔络合物、铂的烯基硅氧烷络合物、铂/氧化铝和铂/炭。相对于SiVi和SiH有机聚硅氧烷的总重量,所述铂催化剂的量为优选地为催化剂中的铂金属量为0.1至500ppm。

[0071] 当所述组合物通过缩合反应固化时,固化剂包含在每个分子中具有至少三个硅键合的可水解的基团的硅烷或硅氧烷低聚物,以及任选的缩合催化剂。此类硅烷和硅氧烷低聚物的示例包括,但不限于,四乙氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、甲基三(甲基乙基酮肟)硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷和正硅酸乙酯。相对于组分(A)和固化剂的总和,所述硅烷或硅氧烷低聚物的量优选地为70-99重量份。

[0072] 缩合催化剂是本领域已知的,并且示例包括,但不限于,二乙酸二丁基锡、四异丙氧基钛、二异丙氧基双(乙酰乙酸乙酯)钛、环烷酸锌和3-氨基丙基三乙氧基硅烷。相对于100份组分(A)和所述固化剂,所述缩合催化剂的量优选地为5至15重量份。

[0073] 所述组合物可任选地包含其它组分;例如,增强填料诸如热解法二氧化硅、沉淀二氧化硅和热解法氧化钛;颜料;染料;稳定剂;阻燃剂;增塑剂;和粘附促进剂。特别是当所述组合物可通过氢化硅烷化反应固化时,所述组合物可进一步包含抑制剂,以调整所述组合物的固化速度并改善其处理。此类抑制剂的示例包括,但不限于,乙炔化合物,诸如2-甲基-3-丁炔-2-醇、2-苯基-3-丁炔-2-醇和1-乙炔基-1-环己醇;烯-炔化合物,诸如3-甲基-3-戊烯-1-炔和3,5-二甲基-3-己烯-1-炔;肟化合物;膦化合物和硫醇化合物。此类抑制剂的含量是变化的,并且取决于所需的固化速度,但是一个示例相对于组合物的总量为0.0001至1.0重量%。

[0074] 在制备所述组合物时,可将填料处理剂(组分C)与填料(组分B)初步混合以预处理填料的表面,然后可将表面处理过的填料与有机聚硅氧烷(组分A)混合。或者,填料(组分B)可与有机聚硅氧烷(组分A)混合,然后可将所述填料处理剂(组分C)添加到组分A和组分B的混合物中。在其它情况下,有机聚硅氧烷(组分A)、填料(组分B)和填料处理剂(组分C)可同时混合使用。

[0075] 本发明的组合物通常被配制成1份或2份。

[0076] 当本发明的组合物包含可交联的有机聚硅氧烷时,所述组合物可被固化并形成包含填料的固化的有机硅材料。在另一种情况下,当使用非反应性聚合物基体时,所述组合物可在没有固化步骤的情况下使用。所述材料可以是橡胶、凝胶、油脂、浆液、糊剂和密封剂。

[0077] 当所述填料为导热填料时,所述固化的材料为导热的。所述固化的材料的热导率优选地为1.0W/m.K或以上,更优选地为1.5W/m.K或以上,并且甚至更优选地为2.0W/m.K或以上。

[0078] 实施例

[0079] <表面处理剂的合成>

[0080] C-1: 在250mL烧瓶中添加88.7g的二乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷 (PDMS) (粘度30mPa.s, 2.4重量%的乙烯基含量)、5.7g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.3g的铂/氧化铝(所述铂/氧化铝催化剂的铂含量为1%, 所述组合物的铂金属浓度为30ppm)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0081] C-2: 在250mL烧瓶中添加105.4g的二乙烯基封端的PDMS (粘度70mPa.s, 1.2重量%的乙烯基含量)、3.5g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.2g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0082] C-3: 在250mL烧瓶中添加154.5g的二乙烯基封端的PDMS (粘度200mPa.s, 0.6重量%的乙烯基含量)、2.1g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.3g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0083] C-4: 在250mL烧瓶中添加135g的二乙烯基封端的PDMS (粘度70mPa.s, 1.2重量%的乙烯基含量)、4.6g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 、10.7g的 $(\text{Me}_3\text{SiO})_2\text{SiHMe}_2$ 和0.3g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在65℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0084] C-5: 在250mL烧瓶中添加135g的二氢封端的PDMS (粘度30mPa.s, 0.11重量%的氢含量)、6.4g的己烯基三甲氧基硅烷、10.5g的1-辛烯和0.3g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在65℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0085] C-6: 在250mL烧瓶中添加146.9g的二氢封端的PDMS (粘度60mPa.s, 0.06重量%的氢含量)、4.5g的己烯基三甲氧基硅烷、7.4g的1-辛烯和0.3g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在65℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0086] C-7: 在250mL烧瓶中添加214.3g的二氢封端的PDMS (粘度90mPa.s, 0.04重量%的氢含量)、4.6g的己烯基三甲氧基硅烷、7.6g的1-辛烯和0.45g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在65℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0087] C-8: 在250mL烧瓶中添加107.6g的二氢封端的PDMS (粘度200mPa.s, 0.013重量%的氢含量)、1.2g的己烯基三甲氧基硅烷、2.1g的1-辛烯和0.3g的铂/氧化铝(30ppm的铂金属)。在65℃下混合原料4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0088] C-11: 在250mL烧瓶中添加84.3g的二乙烯基封端的PDMS (粘度70mPa.s, 1.2重量%的乙烯基含量)、5.6g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.2g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后, 过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0089] C-12: 在250mL烧瓶中添加120.6g的二乙烯基封端的PDMS (粘度70mPa.s, 1.2重

量%的乙烯基含量)、5.6g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.2g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后,过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0090] C-13:在250mL烧瓶中添加105.4g的二乙烯基封端的PDMS(粘度70mPa.s,1.2重量%的乙烯基含量)、2.8g的 $\text{HMe}_2\text{SiOMe}_2\text{SiC}_2\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和0.2g的铂/氧化铝(20ppm的铂金属)。将原料在100℃下混合4小时。冷却至25℃后,过滤混合物以移除催化剂粉末并在180℃/ <1托下汽提。

[0091] 通过以表1-4中所示的比率(重量%)混合下文所述的组分来制备实施例1至15和比较例1至4。

[0092] 表1、表2、表4: (A)、(B)、(C)采用高速搅拌器混合,添加D-2、D-3、D-4、D-5并混合,最后添加D-1并混合。

[0093] 表3: (A)、(B)、(C)在室温下混合10分钟,加热至120℃并混合60分钟。冷却至40℃以下后,添加D-2、D-3、D-4和D-5并混合均匀,最后添加D-1并混合均匀。

[0094] <测量>

[0095] 用下列方法和仪器分析了组分的性能。

[0096] [粘度]博勒飞公司(Brookfield)的HADV II粘度计(21#心轴在25℃下的转速为1RPM)

[0097] [热导率]热传导分析仪,固化的样品(80℃,30min),9mm厚

[0098] [硬度]肖氏硬度A,固化的样品(80℃,30min),9mm厚

[0099] [拉伸强度和伸长率]参考ASTM D 412,片材厚度2mm,在80℃下固化30分钟

[0100] [铝的搭接剪切]参考ASTM D-816,将两个Q板(Alclad 2024T3)与2mm厚的组合物粘合(粘合区:25mm×25mm),然后在80℃下固化30分钟。在张力检验器中放置一个层压体,通过剪切将其拉开,并记录其强度。

[0101] [水平流动性]取1mL样品分配在玻璃上,在室温下摊开形成圆形持续4小时后,记录球体的横径(mm),如图1所示。图1中的水平流动性为D1和D2之和。

[0102] <组分A至D>

[0103] A-1:二乙烯基封端的PDMS,在25℃下的粘度70mPa.s,乙烯基含量为1.2重量%

[0104] A-2:二乙烯基封端的PDMS,在25℃下的粘度200mPa.s,乙烯基含量为0.6重量%

[0105] B-1:平均粒度为4微米的不规则氧化铝粉末

[0106] B-2:平均粒度为40微米的球状氧化铝粉末

[0107] C-1: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)

[0108] C-2: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)

[0109] C-3: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{125}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{125}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{125}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)

- [0110] C-4: $(\text{OSiMe}_3)_2\text{SiMe}-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-\text{SiMe}(\text{OSiMe}_3)_2$ 、 $(\text{OSiMe}_3)_2\text{SiMe}-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)
- [0111] C-5: $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{25}\text{SiMe}_2-\text{C}_8\text{H}_{17}$ 、 $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{25}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{25}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)
- [0112] C-6: $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-\text{C}_8\text{H}_{17}$ 、 $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)
- [0113] C-7: $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{65}\text{SiMe}_2-\text{C}_8\text{H}_{17}$ 、 $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{65}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)
- [0114] C-8: $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{115}\text{SiMe}_2-\text{C}_8\text{H}_{17}$ 、 $\text{C}_8\text{H}_{17}-(\text{Me}_2\text{SiO})_{45}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-(\text{Me}_2\text{SiO})_{115}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:56:38:6)
- [0115] C-9: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{27}\text{Si}(\text{OMe})_3$
- [0116] C-10: $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{130}\text{Si}(\text{OMe})_3$
- [0117] C-11: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:50:25:25)
- [0118] C-12: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:46:42:12)
- [0119] C-13: $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 、 $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 和 $(\text{OMe})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Me}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{58}\text{SiMe}_2-(\text{CH}_2)_2-(\text{Me}_2\text{SiO})_2-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OMe})_3$ 的混合物(摩尔比为:32:64:4)
- [0120] D-1: 在二甲基硅氧烷中稀释的(二甲基乙烷基甲硅烷氧基封端的)1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(铂)
- [0121] D-2: 二氢封端的PDMS,在25℃下粘度为10mPa.s,氢含量为0.14重量%
- [0122] D-3: 二氢封端的PDMS,在25℃下粘度为10mPa.s,氢含量为0.33重量%
- [0123] D-4: 二甲基,甲基氢硅氧烷,三甲基甲硅烷氧基封端为交联剂,在25℃下具有5mPa.s的粘度,氢含量为0.36重量%
- [0124] D-5: 炭黑颜料
- [0125] D-6: 抑制剂:四甲基四乙烯基环四硅氧烷
- [0126] 表1

	实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实施 例 5	实施 例 6	实施 例 7	实施 例 8	比较 例 1	比较 例 2
[0127] A-1	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
B-1	340	340	340	340	340	340	340	340	340	340
B-2	680	680	680	680	680	680	680	680	680	680
C-1	10									
C-2		10								
C-3			10							
C-4				10						
C-5					10					
C-6						10				
C-7							10			
C-8								10		
C-9									10	
C-10										10
新近粘度, cP	13100	9900	10400	11840	9600	10600	12000	10800	15600	12100
4 周后粘度, cP	10900	11700	17400	10816	11200	9400	11200	13800	16400	16000
8 周后粘度, cP	12300	9700	NA	12160	12100	9200	10200	11100	22100	17100

[0129] 如表1所示,含有所发明的填料表面处理剂的组合物比mono-Si(OMe)₃低聚物处理剂在高导电填料负载下保持低粘度的稳定性更好。

[0130] 表2

	实施 例 9	实施 例 10	实施 例 11	比较 例 3	比较 例 4
A-1	70	70	70	70	70
A-2	30	30	30	30	30
B-1	370	370	370	370	370
B-2	750	750	750	750	750
C-2	15				
C-6		15			
C-7			15		
C-9				15	
C-10					15
D-1	2	2	2	2	2
D-2	3	3	3	3	3
D-3	12	12	12	12	12
D-4	8	8	8	8	8
D-5	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65
D-6	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
硬度, 肖氏硬度 A	73	29	36	77	26
热导率, W/m.K	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6

[0132] 如表2所示,含有所发明的具有乙烯基端基的填料表面处理剂的组合物具有比烷

基端基更硬的模量。

[0133] 实施例12:

[0134] 表3

	实施例12
A-1	70
A-2	30
B-1	500
B-2	750
C-2	30
D-1	2
D-2	25
D-4	5
D-5	0.7
D-6	0.4
粘度, cP	11200
硬度, 肖氏硬度A	75
热导率, W/m.K	2.4
抗拉强度, psi	450
伸长率, %	30
铝的搭接剪切, psi	120
水平流动性, mm	80

[0136] 如表3所示, 具有所发明的填料表面处理剂的组合物表现出低粘度/高流动性、良好水平的拉伸性能和粘附性, 即使加载有大量的导电填料也是如此。

[0137] 表4

	实施 例 13	实施 例 14	实施 例 15
A-1	100	100	100
B-1	330	330	330
B-2	650	650	650
C-11	5		
C-12		5	
C-13			5
D-1	2	2	2
新近粘度, cP	11100	11260	14340
3 周后粘度, cP	10940	12420	16440

[0138] 如表4所示, 包含具有不同摩尔比的式 (I) 和 (II) 的所发明的填料表面处理剂的组合物在高导电填料负载下可有效地保持低粘度。

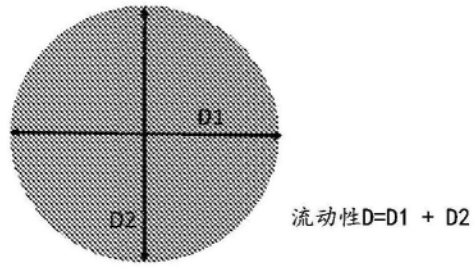


图1