

**(19) 대한민국특허청(KR)**
(12) 공개특허공보(A)**(11) 공개번호** 10-2024-0164577
(43) 공개일자 2024년11월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 83/04 (2006.01) C08G 77/12 (2006.01)
C08G 77/20 (2006.01) C08K 5/56 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08L 83/04 (2013.01)
C08G 77/12 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7035299
(22) 출원일자(국제) 2023년02월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년10월23일
(86) 국제출원번호 PCT/US2023/012907
(87) 국제공개번호 WO 2023/191962
국제공개일자 2023년10월05일
(30) 우선권주장
63/324,178 2022년03월28일 미국(US)

(71) 출원인
롭 앤드 하스 캄파니
미국 펜실베이니아 19426 칼리지빌 아콜라 로드 400
다우 실리콘즈 코포레이션
미국 미시간 미들랜드 웨스트 잘츠부르크 로드
2200 (우:48686)
(72) 발명자
샤, 앤드루
미국 19426 펜실베이니아, 콜리지빌 알코라 로드
400
리, 잔지에
미국 48611 미시간, 오번 일레븐 마일 로드 5300
수르, 제이슨
미국 48686-0994 미시간, 미드랜드 웨스트 잘츠부
르크 로드 2200
(74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 신속 저온 경화 성형 가능한 실리콘 조성물

(57) 요약

2-파트 경화성 실리콘 조성물은 별도의 파트로서 (a) 백금 하이드로실릴화 촉매, 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산, 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산 및 선형 SiH 작용성 사슬 연장제를 함유하는 제1 파트 예비혼합물의 하이드로실릴화 반응 생성물인 알케닐-작용성 예비중합체를 갖는 제1 파트; 및 (b) 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제, 및 하이드로실릴화 경화 억제제를 갖는 제2 파트를 함유하고, 여기서, 알케닐-작용성 및 SiH 작용성 성분은 1.4 이하인 SiH/C=C 비를 제공하도록 2-파트 경화성 실리콘 조성물에 존재하고; 조성물은 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량을 기준으로 하는 농도로 6 백만중량부 이하의 백금 및 0.01 중량 퍼센트 이상의 하이드로실릴화 경화 억제제를 함유한다.

(52) CPC특허분류

C08G 77/20 (2013.01)

C08K 5/56 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

2-파트 경화성 실리콘 조성물로서,

(a) 제1 파트 예비혼합물의 하이드로실릴화 반응 생성물인 알케닐-작용성 예비중합체를 포함하는 제1 파트로서,

i. 백금 하이드로실릴화 촉매,

ii. 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산,

iii. 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산 및

iv. 분자당 평균 2개의 SiH 기를 갖고 0.25 중량 퍼센트 이상 및 동시에 100 이상의 DP를 갖는 경우 5 중량 퍼센트 이하 및 100 미만의 DP를 갖는 경우 5 중량 퍼센트 미만의 농도로 존재하는, 선형 SiH 작용성 사슬 연장제 (중량 퍼센트는 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량 대비임)를 포함하는, 제1 파트; 및

(b) 제2 파트로서,

i. 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산;

ii. 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산;

iii. 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제; 및

iv. 하이드로실릴화 경화 억제제를 포함하는, 제2 파트를 별도의 파트로서 포함하고,

알케닐-작용성 및 SiH 작용성 성분은 1.4 이하의 2-파트 경화성 실리콘 조성물에 대한 SiH/C=C 비를 제공하도록 2-파트 경화성 실리콘 조성물에 존재하고;

여기서, 조성물은 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량을 기준으로 하는 농도로 6 백만중량부 이하의 백금 및 0.01 중량 퍼센트 이상의 하이드로실릴화 경화 억제제를 함유하는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 제2 파트는 $\text{HMeSiO}_{2/2}$ 실록산 단위 상에만 SiH 작용기를 갖는 선형 폴리오가노실록산이 없는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 3

제1항 내지 제2항 중 어느 한 항에 있어서, 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산의 농도는 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산과 수지성 폴리오가노실록산의 합한 중량에 대해 40 내지 60 중량 퍼센트의 범위인, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 제2 파트에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산의 농도는 제2 파트의 중량에 대해 40 내지 60 중량 퍼센트의 범위인, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 제2 파트에서 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산의 농도는 제2 파트의 중량을 기준으로 10 내지 15 중량 퍼센트의 범위인, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

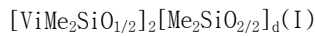
청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 알케닐-작용성 폴리오가노실록산은 비닐 작용성 폴리오가노실록산인, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 7

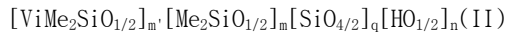
제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

(a) 제1 파트 예비혼합물 및 제2 파트 각각에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산은 하기 평균 화학 조성 (I)을 갖고:



상기 식에서, Vi는 비닐기를 지칭하고, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자 d는 분자에 $\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}$ 단위의 평균 수이고, 450 내지 550 범위의 값을 갖고;

(b) 제1 및 제2 파트 각각에서 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산은 하기 평균 화학식 (II)을 갖고:



상기 식에서, Vi는 비닐기를 지칭하고, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자는 모든 열거된 기에 대한 회합된 기의 평균 몰비를 지칭하고, m'은 0.05 내지 0.10 범위의 값을 갖고, m은 0.40 내지 0.50 범위의 값을 갖고, q는 0.40 내지 0.50 범위의 값을 갖고, n은 0.00 내지 0.05의 범위의 값을 갖는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 8

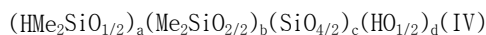
제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 사슬 연장제는 하기 평균 화학식 (III)을 갖고:



상기 식에서, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자는 각각의 분자에서 회합된 실록산 단위의 평균 수를 나타내고, 아래 첨자 d'는 5 내지 200 범위의 평균 값을 갖고, 아래첨자 d''는 0 또는 1이며, 단 m'과 m''의 합은 2이고, m''와 d''의 합은 2이므로, 분자는 평균 2개의 실릴-하이드라이드기를 갖는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 수지성 실릴-하이드라이드 작용성 폴리실록산 가교제는 하기 평균 화학식 (IV)을 갖고:



상기 식에서, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자는 분자에서 회합된 실록산 단위의 평균 몰비를 나타내고, 아래 첨자 a는 0.01 내지 0.05 범위의 평균 값을 갖고, 아래 첨자 b는 0.50 내지 0.70 범위의 평균 값을 갖고, 아래 첨자 c는 0.20 내지 0.40의 범위의 평균 값을 갖고, 아래 첨자 d는 0.00 내지 0.05의 평균 값을 갖는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 1.0 이상 및 동시에 1.26 이하의 평균 SiH/C=O를 갖는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물.

발명의 설명**기술 분야**

[0001] 본 발명은 2-파트 경화성 성형 가능한 실리콘 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 광학 성형 가능한 실리콘 조성물은, 예를 들어, 자동차 헤드램프를 제조하는 데 유용하다. 그러나, 광학 성형 가능한 실리콘 조성물은 전형적으로 섭씨 150도(°C) 이상 범위의 온도에서 경화를 필요로 한다. 폴리카르보네이트와 같은 다른 중합체가 공동-성형 공정에서 이들의 용융 온도 초과로 가열될 필요 없이 사용될 수 있도록 110°C 이하의 온도에서 경화될 수 있는 광학 성형 가능한 실리콘 조성물을 확인하는 것이 바람직하다. 특히,

110℃ 이하의 온도에서 "신속" 경화를 달성하는 것이 바람직하고, 여기서 "신속" 및 경화에 관한 관련 용어는 60초 이하로 이동식 다이 레오미터(Moving Die Rheometer) 시험(본원에서 이하 정의됨)에서 1 데시뉴턴*미터(dNm) 이상의 점도를 달성하는 것으로 정의된다.

[0003] 광학 성형 가능한 실리콘 조성물은 하이드로실릴화 경화성 조성물일 수 있다. 하이드로실릴화 반응의 경화는 경화 시간을 증가시킴으로써 110℃ 이하의 온도에서 일어날 수 있지만, 이는 신속 경화에 대한 요구를 충족시키지 못할 것이다.

[0004] 하이드로실릴화 반응의 경화 시간을 감소시키기 위한 다른 접근 방법은 백금 촉매의 농도를 증가시키거나, 억제제 농도를 감소시키거나, 실리콘-하이드라이드(SiH) 가교제 농도를 증가시키는 것이다. 그러나, 조성물 중량에 대해 6 백만중량부(ppm) 초과를 제공하는 농도의 백금 촉매의 사용은 시간 경과에 따라 얻어진 반응 생성물의 바람직하지 않은 황변을 초래하는 경향이 있다. 억제제 농도를 조성물 중량에 대해 0.01 중량 퍼센트(wt%) 미만으로 감소시키는 것은 조성물의 가용 시간 또는 작업 시간을 감소시키고 사출 성형 공정 동안 조기 경화를 바람직하지 않게 초래할 수 있다. 실리콘에 직접적으로 또는 간접적으로 결합된 알케닐기(C=C)의 몰 농도에 대한 실릴하이드라이드 기(SiH)의 몰 농도를 대략 1.6 초과와 몰비(SiH/C=C 비)로 증가시키면, 시간 경과에 따라 바람직하지 않게 취성이 되는 광학 성형 가능한 실리콘 조성물이 생성될 수 있다.

[0005] 따라서, 조성물 중량을 기준으로 6 ppm 초과와 백금 또는 조성물 중량을 기준으로 0.01 중량% 미만의 억제제의 필요 없이 110℃ 이하의 온도에서 하이드로실릴화에 의해 신속 경화될 수 있고 1.6 미만의 SiH/C=C 비를 갖는 성형 가능한 실리콘 조성물을 확인하는 것은 광학 성형 가능한 실리콘 제형에 바람직하고 이러한 기술을 진보시킬 것이다.

발명의 내용

[0006] 본 발명은 조성물 중량을 기준으로 6 ppm 초과와 백금 또는 조성물 중량을 기준으로 0.01 중량% 미만의 억제제의 필요 없이 110℃ 이하의 온도에서 하이드로실릴화에 의해 신속 경화될 수 있고 1.6 미만의 SiH/C=C 비를 갖는 성형 가능한 실리콘 조성물을 제공한다.

[0007] 본 발명은 제1 파트 및 제2 파트를 포함하는 2-파트 경화성 조성물을 사용하여 요망되는 특징이 달성될 수 있음을 발견한 결과이고, 여기서

[0008] (a) 제1 파트는 선형 실리콘-하이드라이드(SiH) 작용성 사슬 연장제와 알케닐-작용성 선형 및 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 하이드로실릴화 반응에 의해 제조된 알케닐-작용성 예비중합체 조성물이고;

[0009] (b) 제2 파트는 수지성 및 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제, 및 하이드로실릴화 경화 억제제를 포함한다.

[0010] 본 발명의 발견의 일부는 2-파트 조성물의 제1 파트에 대한 요건, 특히 알케닐-작용성 예비중합체에 대한 특징을 발견하는 것이었다. 예를 들어, SiH 작용성 사슬 연장제가 100 미만의 중합도(DP)를 갖는 경우, 예비중합체를 형성할 때 사슬 연장제의 농도는 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량을 기준으로 5 중량% 미만이어야 하거나, 제1 파트의 점도는 제2 파트와 혼합하기에 너무 높을 것이다(50,000 밀리파스칼*초 초과). 또한, 제2 파트는 $\text{HMeSiO}_{2/2}$ 실록산 단위로서 SiH 작용기만을 갖는 선형 폴리오가노실록산이 없어야 하는 것으로 발견되었는데, 그 이유는 이러한 선형 폴리오가노실록산이 처음 60초 동안 경화를 느리게 하기 때문이다.

[0011] 제1 양태에서, 본 발명은 2-파트 경화성 실리콘 조성물로서, (a) 제1 파트 예비혼합물의 하이드로실릴화 반응 생성물인 알케닐-작용성 예비중합체를 포함하는 제1 파트로서, (i) 백금 하이드로실릴화 촉매, (ii) 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산, (iii) 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산, 및 (iv) 분자당 평균 2개의 SiH 기를 갖고 0.25 중량 퍼센트 이상 및 동시에 100 이상의 DP를 갖는 경우 5 중량 퍼센트 이하 및 100 미만의 DP를 갖는 경우 5 중량 퍼센트 미만의 농도로 존재하는, 선형 SiH 작용성 사슬 연장제(중량 퍼센트는 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량 대비임)를 포함하는, 제1 파트; 및 (b) 제2 파트로서, (i) 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산; (ii) 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, (iii) 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제, 및 (iv) 하이드로실릴화 경화 억제제를 포함하는, 제2 파트를 별도의 파트로서 포함하고, 여기서, 알케닐-작용성 및 SiH 작용성 성분은 1.4 이하의 2-파트 경화성 실리콘 조성물에 대한 SiH/C=C 비를 제공하도록 2-파트 경화성 실리콘 조성물에 존재하고; 여기서, 조성물은 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량을 기준으로 하는 농도로 6 백만중량부 이하의 백금 및 0.01 중량 퍼센트 이상의 하이드로실릴화 경화 억제제를 함유하는, 2-파트 경화성 실리콘 조성물이다.

[0012] 본 발명의 조성물은 광학 성형 가능한 실리콘 제형으로서 사용될 수 있는 성형 가능한 실리콘 제형으로서 유용하다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 시험 방법은, 날짜가 시험 방법 번호와 함께 명시되지 않을 때, 본 문서의 우선일 현재 가장 최근의 시험 방법을 지칭한다. 시험 방법에 대한 참조는 시험 협회 및 시험 방법 번호에 대한 참조 둘 모두를 포함한다. 하기의 시험 방법 약어 및 식별자가 본원에 적용된다: ASTM은 ASTM 국제 방법을 지칭하고; END은 유럽 표준을 지칭하고; DIN은 독일 표준화 협회를 지칭하고; ISO는 국제 표준화 기구를 지칭하고; UL은 미국 보험협회 안전시험소(Underwriters Laboratory)를 지칭한다.

[0014] 상표명에 의해 식별되는 제품은 본 문서의 우선일에 이들 상표명으로 입수가 가능한 조성물을 지칭한다.

[0015] "다수의"는 둘 이상을 의미한다. "및/또는"은 "및, 또는 대안으로서"를 의미한다. 모든 범위는 달리 명시되지 않는 한, 종결점을 포함한다.

[0016] 폴리실록산에서 실록산 단위를 지정함으로써 폴리실록산 화학 조성을 정의하는 것이 일반적이다. 실리콘을 형성하는 데 사용되는 4개의 실록산 단위가 있다: $R^a_3SiO_{1/2}$ ("M-타입" 실리콘 단위), $R^a_2SiO_{2/2}$ ("D-타입" 실리콘 단위), $R^aSiO_{3/2}$ ("T-타입" 실리콘 단위) 및 $SiO_{4/2}$ ("Q-타입" 실리콘 단위). 이러한 일반적인 명칭에서, R^a 는 각각의 경우에 독립적으로 수소, 하이드로카르빌기(치환된 또는 비치환된), 하이드록실, 알콕실, 또는 규소 원자에 결합된 본질적으로 임의의 다른 기일 수 있다. 0'은 또 다른 실록산 단위의 규소 원자에 결합된 규소에 결합된 산소 원자를 지칭한다. 아래 첨자는 산소가 이러한 규소 원자 및 분모에 1/2의 배수를 또한 갖는 또 다른 실록산 단위의 또 다른 규소 원자에 결합되어 있음을 반영하기 위한 1/2의 배수이다(둘 모두의 실록산 단위는 동일한 산소 원자의 1/2의 할당을 반영한다). 산소 아래 첨자의 숫자는 또 다른 실록산 단위 규소 원자에도 결합된 특정 규소 원자에 결합된 산소의 수를 반영한다. 전형적으로, 분자에서 실록산 단위의 상대량을 나타내기 위해 실록산 단위 자체와 관련된 아래 첨자가 있다. 실록산 단위와 관련된 아래 첨자가 1보다 큰 경우, 아래 첨자는 분자에서 이러한 실록산 단위들의 평균 수를 지칭한다. 실록산 단위와 관련된 아래 첨자가 1 미만인 경우, 아래 첨자는 관련된 실록산 단위에 상응하는 모든 실록산 단위의 평균 몰비를 지칭한다. 1의 아래 첨자는 전형적으로 언급되지 않은 채로 남아 있으므로, 실록산 단위가 아래 첨자를 포함하지 않는 경우 1의 아래 첨자를 갖는 것으로 이해된다. 특히, 실록산 단위는 블록으로 존재하지만, 반드시 블록 중합을 의미하는 것은 아니며, 편의상 각각의 실록산 단위가 중합체에 총 얼마나 존재하는지를 나타내기 위해 블록으로 제공된다.

[0017] 본원에서 사용되는 실록산 용어는 용어 "수지" 또는 "수지성"을 사용하여 단일 분자에서 T-타입, Q-타입, 또는 T-타입과 Q-타입 조합의 실록산 단위로부터 선택된 평균 3개 초과 실록산 단위를 지니는 것을 특징으로 하는 실록산 단위 분지화의 물질 수준을 갖는 실록산을 나타낸다. 대조적으로, "선형" 실록산은 평균 3개 이하, 바람직하게는 2개 이하, 더욱 바람직하게는 1개 이하를 함유하고, 단일 분자에서 T-타입, Q-타입, 또는 T-타입과 Q-타입의 조합의 실록산 단위가 없을 수 있다.

[0018] "중합도", 또는 "DP"는 실록산 분자에서 반복되는 실록산 단위의 평균 수를 지칭한다. 예를 들어, 하기 분자에서 DP는 아래 첨자 d의 값과 동일할 것이다: $ViMeSiO-[Me_2SiO]_d-SiMeVi$. 규소-29 핵자기 공명(^{29}Si NMR) 분광법에 의해 DP를 결정한다.

[0019] 폴리스티렌 표준과 함께 광산란 검출기, 굴절률 검출기, 및 점도 검출기를 사용하여 겔 투과 크로마토그래피에 의해 수지성 실록산에 대한 중량 평균 분자량을 결정한다.

[0020] " $SiH/C=C$ 비" 또는 " $SiH/C=C$ "는 규소 원자에 직접적으로 또는 간접적으로 결합된 알케닐기(바람직하게는 말단 알케닐기)에 대한 실릴 하이드라이드 수소 원자의 몰비이다. 알케닐기는 요망되게는 비닐기이고, 이러한 경우 비율은 종종 $SiH/SiVi$ 비로 확인된다. 양성자 핵자기 공명(1H NMR) 분광법에 의해 $SiH/C=C$ 비를 결정한다. 중수소화 클로로포름에 알려진 양의 샘플과 알려진 양의 내부 표준품(1,4-디옥산)을 합하여 분석용 샘플을 제조한다. 5 밀리미터 $ONeNMR$ 프로브가 장착된 Agilent 400-MR NMR 장비를 사용하여 스펙트럼을 수집한다. MesReNova x64 소프트웨어를 사용하여 데이터를 분석한다. 관련 양성자 공명을 내부 표준의 관련 양성자 공명에 대해서 적분하여 알케닐($C=C$) 및 SiH 기의 중량 백분율을 계산한다.

[0021] 본 발명은 별도의 제1 파트 및 제2 파트를 포함하는 2-파트 경화성 실리콘 조성물이다. 2-파트 경화성 실리콘

조성물은 제1 파트에 알케닐-작용성 성분 및 제2 파트에 실릴하이드라이드(SiH) 작용성 성분을 포함한다. 제1 파트와 제2 파트를 함께 혼합하면, 두 파트에서 알케닐 작용기와 SiH 작용기가 반응하여 실리콘 조성물을 경화시킨다. 2-파트 경화성 실리콘 조성물의 제1 및 제2 파트는 2-파트 실리콘 조성물의 경화가 요구될 시간까지 서로 별도인 상태로 유지되고, 이는 "별도의 제1 및 제2 파트"를 의미한다.

[0022] 제1 파트는 백금 하이드로실릴화 촉매, 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산, 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산 및 선형 SiH 작용성 사슬 연장제를 포함하는 제1 파트 예비혼합물의 하이드로실릴화 반응 생성물인 알케닐-작용성 예비중합체 성분을 포함한다.

[0023] 조성물은 백금 하이드로실릴화 촉매이다. 백금 하이드로실릴화 촉매는 화합물 및 착물, 예컨대 백금 (0)-1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산(칼스테드 촉매(Karstedt's catalyst)), H_2PtCl_6 , 디- μ -카르보닐 디- π -사이클로펜타디에닐디니켈, 백금-카르보닐 착물, 백금-디비닐테트라메틸디실록산 착물, 백금 사이클로비닐메틸실록산 착물, 백금 아세틸아세토네이트(acac), 백금 블랙, 백금 화합물, 예컨대 클로로백금산, 클로로백금산 6수화물, 클로로백금산과 1가 알코올의 반응 생성물, 백금 비스(에틸아세토아세테이트), 백금 비스(아세틸아세토네이트), 백금 디클로라이드, 및 백금 화합물과 올레핀 또는 저분자량 오가노폴리실록산의 착물 또는 매트릭스 또는 코어-셸 유형 구조 내에 마이크로캡슐화된 백금 화합물을 포함한다. 백금 촉매는 백금과 1,3-디에테닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 착물을 포함하는 저분자량 오가노폴리실록산과 백금의 착물을 포함하는 용액의 일부일 수 있다. 이들 착물은 수지 매트릭스 내에 마이크로캡슐화될 수 있다. 백금 촉매는 백금과의 1,3-디에테닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 착물일 수 있다.

[0024] 요망되게는, 백금 촉매는 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량을 기준으로 6 백만중량부(ppm) 이하의 백금을 제공하기에 충분히 낮은 농도로 존재한다. 전형적으로, 백금 촉매로부터의 백금의 농도는 2 ppm 이상이고, 3 ppm 이상, 4 ppm 이상, 또는 심지어 5 ppm 이상일 수 있다.

[0025] 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산은 요망되게는 분자당 평균 2개 이상의 알케닐기를 함유한다. 요망되게는, 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산은 2개 이상의 말단 알케닐기를 함유하고, 여기서 말단 알케닐기는 선형 실록산 분자의 말단에서 규소 원자에 결합된다. 바람직하게는, 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산의 각 말단에 적어도 하나의 알케닐기가 존재한다. 알케닐기 자체는 요망되게는 말단 알케닐기이며, 이는 알켄이 규소 원자에 결합되는 곳으로부터 가장 멀리 떨어진 2개의 탄소 원자 사이에 탄소-탄소 이중 결합($C=C$)이 있음을 의미한다. 각각의 알켄은 2개 이상, 3개 이상, 4개 이상, 5개 이상, 심지어 6개 이상의 탄소 원자를 가질 수 있고, 동시에 전형적으로 8개 이하, 7개 이하, 6개 이하, 5개 이하, 4개 이하, 심지어 3개 이하의 탄소 원자를 함유한다. 요망되게는, 각각의 알켄은 비닐기("Vi")이다.

[0026] 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산은 하기 평균 화학식 (I)을 가질 수 있다:

[0027] $[ViMe_2SiO_{1/2}]_2[Me_2SiO_{2/2}]_d(I)$

[0028] 상기 식에서, Vi는 비닐기를 지칭하고, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자 d는 분자에서 $(CH_3)_2SiO_{2/2}$ 단위의 평균 수이고, 300 이상, 350 이상, 400 이상, 심지어 450 이상 및 동시에 전형적으로 700 이하, 650 이하, 600 이하, 또는 심지어 550 이하의 값을 갖는다.

[0029] 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산의 농도는 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산과 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 합한 중량에 대해 전형적으로 40 중량 퍼센트(wt%) 이상, 45 중량% 이상, 50 중량% 이상, 또는 심지어 55 중량% 이상이면서, 동시에 전형적으로 60 중량% 이하, 55 중량% 이하, 50 중량% 이하, 또는 심지어 45 중량% 이하이다.

[0030] 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산은 폴리오가노실록산 수지이며, 이는 $RSiO_{3/2}$ 및 $SiO_{4/2}$ 실록산기로부터 선택된, 분자당 평균 3개 초과인 실록산 단위를 함유하는 분지형 분자임의 의미하고, 여기서 R은 전형적으로 8개 이하의 탄소 원자를 함유하고, 7개 이하, 6개 이하, 5개 이하, 4개 이하, 3개 이하, 심지어 2개 이하이면서, 동시에 하나 이상의 탄소 원자를 함유할 수 있는 하이드로카르빌기이다. 요망되게는, 알케닐 작용성 수지성 폴리오가노실록산은 분자당 평균 2개 이상의 알케닐기를 함유하고, 분자당 3개 이상의 알케닐기를 함유할 수 있다. 알케닐기 자체는 요망되게는 규소 원자에 결합된 알켄의 말단 알케닐기이며, 이는 알켄이 규소 원자에 결합되는 곳으로부터 가장 멀리 떨어진 2개의 탄소 원자 사이에 탄소-탄소 이중 결합($C=C$)이 있음을 의미한다. 각각의 알켄은 2개 이상, 3개 이상, 4개 이상, 5개 이상, 심지어 6개 이상의 탄소 원자를 가질 수 있고, 동시에 전형적으로 8개 이하, 7개 이하, 6개 이하, 5개 이하, 4개 이하, 심지어 3개 이하의 탄소 원자를 함유한다. 요

망되게는, 각각의 알케닐은 비닐기이다.

[0031] 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산은 하기 평균 화학식 (II)을 가질 수 있다:

[0032] $[ViMe_2SiO_{1/2}]_{m'}[Me_2SiO_{1/2}]_m[SiO_{4/2}]_q[HO_{1/2}]_n$ (II)

[0033] 상기 식에서, Vi는 비닐기를 지칭하고, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자는 모든 열거된 기에 대한 회합된 기의 평균 몰비를 지칭하고, m'은 0.05 내지 0.10 범위의 값을 갖고, m은 0.40 내지 0.50 범위의 값을 갖고, q는 0.40 내지 0.50 범위의 값을 갖고, n은 0.00 내지 0.05의 범위의 값을 갖는다.

[0034] 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 농도는 제1 파트 예비혼합물에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산과 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 합한 중량에 대해 전형적으로 40 중량 퍼센트(wt%) 이상, 45 중량% 이상, 50 중량% 이상, 또는 심지어 55 중량% 이상이면서, 동시에 전형적으로 60 중량% 이하, 55 중량% 이하, 50 중량% 이하, 또는 심지어 45 중량% 이하이다.

[0035] 요망되게는, 제1 파트에서 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산은 3000 달톤(Da) 이상, 3100 Da 이상, 3200 Da 이상, 3300 Da 이상, 3400 Da 이상, 3500 Da 이상, 3600 Da 이상, 3700 Da 이상, 3800 Da 이상, 심지어 3900 Da 이상의 중량 평균 분자량을 가지면서, 동시에 전형적으로 4000 Da 이하이고, 3900 Da 이하, 3800 Da 이하, 3700 Da 이하, 3600 Da 이하, 3500 Da 이하, 3400 Da 이하, 3300 Da 이하, 3200 Da 이하, 또는 심지어 3100 Da 이하일 수 있다.

[0036] 선형 SiH 작용성 사슬 연장제는 분자당 평균 2개의 SiH 기를 갖는 폴리오가노실록산이다. SiH 작용성 사슬 연장제는 하기 평균 화학식 (III)을 가질 수 있다:

[0037] $[Me_3SiO_{1/2}]_{m'}[HMe_2SiO_{1/2}]_{m''}[Me_2SiO_{2/2}]_{d'}[MeHSiO_{2/2}]_{d''}$ (III)

[0038] 상기 식에서, Me는 메틸기를 지칭하고, 아래 첨자는 각각의 분자에서 회합된 실록산 단위의 평균 수를 지칭하고, 아래 첨자 d'는 5 내지 200 범위의 평균 값을 갖고, 5 이상, 10 이상, 20 이상, 25 이상, 50 이상, 75 이상, 100 이상, 심지어 150 이상일 수 있으면서, 동시에 200 이하, 175 이하, 150 이하, 125 이하, 100 이하, 75 이하, 50 이하, 심지어 25 이하의 값을 갖고, 아래첨자 d''는 0 또는 1이며, 단 m'과 m''의 합은 2이고, m''와 d''의 합은 2이므로, 분자는 평균 2개의 실릴-하이드라이드기를 갖는다.

[0039] 제1 파트 예비혼합물에서 SiH 작용성 사슬 연장제의 농도는, 제1 파트와 제2 파트의 합한 중량에 대해, 0.25 중량% 이상이고, 0.5 중량% 이상, 1.0 중량% 이상, 1.5 중량% 이상, 2.0 중량% 이상, 2.5 중량% 이상, 3.0 중량% 이상, 3.5 중량% 이상 4.0 중량% 이상, 심지어 4.5 중량% 이상일 수 있으면서, 동시에, SiH 작용성 사슬 연장제의 중합도(DP)에 의존하는 농도에 대한 상한을 갖는다. DP가 100 이상일 때 농도의 상한은 5.0 중량% 이하이고, 4.5 중량% 이하, 4.0 중량% 이하, 3.5 중량% 이하, 3.0 중량% 이하, 또는 심지어 2.5 중량% 이하일 수 있다. DP가 100 미만인 경우의 상한은 5.0 중량% 미만, 바람직하게는 4.5 중량% 이하, 4.0 중량% 이하, 3.5 중량% 이하, 3.0 중량% 이하, 심지어 2.5 중량% 이하이다. 생성된 예비중합체는 사슬 연장제가 짧을 때 덜 이동성 또는 가요성을 갖고, 사슬 연장제의 농도가 너무 높으면 제1 파트에서 너무 큰 점도 형성을 초래할 수 있기 때문에, 작은 DP 사슬 연장제에는 더 낮은 농도가 필요하다.

[0040] 제1 파트는 제1 파트 예비중합체의 성분들을 합하고, 이들을 함께 혼합한 다음, 이들이 반응하여 SiH 작용성 사슬 연장제의 SiH 기와 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산 및/또는 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 알케닐기 사이의 하이드로실릴화 반응에 의해 예비중합체를 형성하게 함으로써 제조된다. 하이드로실릴화 반응은 예비혼합물이 적어도 24시간 동안 정치되게 함으로써 섭씨 25도(°C)에서 일어날 수 있다. 대안적으로, 하이드로실릴화 반응은 25°C 초과와 온도에서 일어날 수 있고, 이는 24시간 미만이 필요할 수 있다. 요망되게는, 사슬 연장제의 본질적으로 모든 SiH 기는 반응하지만, 알케닐기는 잔여 알케닐기를 갖는 예비중합체를 생성하기 위해 SiH 기에 비해 과량이다. 또한, 제1 파트에 미반응 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산 및/또는 미반응 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산뿐만 아니라 알케닐-작용성 예비중합체가 있을 것으로 예상된다.

[0041] 2-파트 경화성 실리콘 조성물의 제2 파트는 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산, 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제, 및 하이드로실릴화 경화 억제제를 포함한다. 제2 파트는 요망되게는 $HMeSiO_{2/2}$ 실록산 단위에서 SiH 작용기만을 갖는 선형 폴리오가노실록산을 함유하지 않는다.

[0042] 제2 파트에서 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산은 제1 파트에 대해 기재된 것들로부터 선택되고, 제1 파트의 선형 알케닐-작용성 폴리오가노실록산과 동일하거나 상이할 수 있다. 제2 파트에서 알케닐-작용성 선형 폴

리오가노실록산의 농도는 제2 파트의 중량에 대해 전형적으로 40 중량% 이상, 45 중량% 이상, 50 중량% 이상, 또는 심지어 55 중량% 이상이면서, 동시에 전형적으로 60 중량% 이하, 55 중량% 이하 50 중량% 이하, 또는 심지어 45 중량% 이하이다.

[0043] 제2 파트에서 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산은 제1 파트에 대해 기재된 것들로부터 선택되고, 제1 파트의 수지성 알케닐-작용성 폴리오가노실록산과 동일하거나 상이할 수 있다. 제2 파트에서 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 농도는 제2 파트에서 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산과 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산의 합한 중량에 대해 전형적으로 40 중량 퍼센트(wt%) 이상, 45 중량% 이상, 50 중량% 이상, 또는 심지어 55 중량% 이상이면서, 동시에 전형적으로 60 중량% 이하, 55 중량% 이하, 50 중량% 이하, 또는 심지어 45 중량% 이하이다.

[0044] 제2 파트에서 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제는 요망되게는 하기 평균 화학식 (IV)을 갖는 하나 이상으로부터 선택된다:

[0045] $(HMe_2SiO_{1/2})_a(Me_2SiO_{2/2})_b(SiO_{4/2})_c(HO_{1/2})_d(IV)$

[0046] 상기 식에서,

[0047] Me는 메틸기를 지칭하고;

[0048] 아래 첨자는 분자에서 회합된 실록산 단위의 평균 몰비를 나타내고, 아래 첨자 a, b, c 및 d의 합은 요망되게는 총 1.00이 되고;

[0049] 아래 첨자 a는 전형적으로 0.01 이상, 0.02 이상, 0.03 이상, 또는 심지어 0.04 이상의 평균 값을 가지면서, 동시에 전형적으로 0.05 이하이고, 0.04 이하, 0.03 이하, 또는 심지어 0.02일 수 있고;

[0050] 아래 첨자 b는 전형적으로 0.50 이상, 심지어 0.60 이상의 평균 값을 갖고, 전형적으로 0.70 이하, 심지어 0.60 이하의 평균 값을 갖고;

[0051] 아래 첨자 c는 전형적으로 0.20 이상, 심지어 0.30 이상의 평균 값을 가지면서, 동시에 전형적으로 0.40 이하이고 0.30 이하일 수 있고;

[0052] 아래 첨자 d는 0.00 이상의 평균 값을 갖고, 0.01 이상, 0.02 이상, 0.03 이상, 심지어 0.04 이상일 수 있으면서, 동시에 전형적으로 0.05 이하, 0.04 이하, 0.03 이하, 0.02 이하, 또는 심지어 0.01 이하이다.

[0053] 제2 파트에서 수지성 SiH 작용성 가교제의 농도는 동일한 중량부의 제1 파트와 제2 파트의 조합으로, 1.4 이하이고 1.3 이하, 1.26 이하, 또는 심지어 1.2 이하이면서, 동시에 요망되게는 1.0 이상, 1.1 이상, 바람직하게는 1.2 이상이고 1.3 이상일 수 있는 SiH 작용기 대 알케닐기(C=C 기) - SiH/C=C 비의 몰비를 제공하기에 충분하다.

[0054] 제2 파트에서 수지성 SiH 작용성 가교제의 농도는 제2 파트의 중량을 기준으로, 예를 들어, 8 중량% 이상, 9 중량% 이상, 10 중량% 이상, 11 중량% 이상, 12 중량% 이상, 13 중량% 이상, 14 중량% 이상, 또는 심지어 15 중량% 이상일 수 있으면서, 동시에 18 중량% 이하, 17 중량% 이하, 16 중량% 이하, 15 중량% 이하, 14 중량% 이하, 13 중량% 이하, 12 중량% 이하, 11 중량% 이하, 심지어 10 중량% 이하일 수 있다.

[0055] 제2 파트에서 수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제의 중량-평균 분자량은 전형적으로 75 달톤(Da) 이상, 100 Da 이상, 150 Da 이상, 200 Da 이상, 250 Da 이상, 300 Da 이상, 400 Da 이상, 450 Da 이상, 500 Da 이상, 550 Da 이상, 600 Da 이상, 650 Da 이상, 700 Da 이상, 750 Da 이상, 심지어 800 Da 이상이면서, 동시에 전형적으로 850 Da 이하, 840 Da 이하, 830 Da 이하, 820 Da 이하, 815 Da 이하, 810 Da 이하, 또는 심지어 800 Da 이하이다.

[0056] 제2 파트는 하이드로실릴화 경화 억제제를 함유한다. 하이드로실릴화 경화 억제제는 조기 경화로부터 하이드로실릴화 반응물을 안정화시킴으로써 저장 안정성을 제공하는 역할을 할 수 있다. 적합한 경화 억제제의 예는 아세틸렌-유형 화합물, 예컨대 2-메틸-3-부틴-2-올; 3-메틸-1-부틴-3-올; 3,5-디메틸-1-헥센-3-올; 2-페닐-3-부틴-2-올; 3-페닐-1-부틴-3-올; 1-에티닐-1-사이클로헥산올; 1,1-디메틸-2-프로피닐옥시)트리메틸실란; 및 메틸(트리리스(1,1-디메틸-2-프로피닐옥시))실란; 엔-인 화합물, 예컨대 3-메틸-3-펜텐-1-인 및 3,5-디메틸-3-헥센-1-인; 트리아졸, 예컨대 벤조트리아졸; 히드라진계 화합물; 포스포계 화합물; 메르캅탄계 화합물; 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐 사이클로테트라실록산 및 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라헥세닐 사이클로테트라실록산과 같은 메틸비닐사이클로실록산을 포함하는 사이클로알케닐실록산 중 어느 하나 또는 이의 하나 초과의 임의의

조합을 포함한다.

- [0057] 하이드로실릴화 경화 억제제의 농도는 0.01 중량% 이상, 0.02 중량% 이상, 0.03 중량% 이상, 0.04 중량% 이상, 0.05 중량% 이상, 0.10 중량% 이상, 심지어 0.15 중량% 이상일 수 있으면서, 동시에 전형적으로 0.50 중량% 이하, 또는 심지어 0.30 중량% 이하, 0.20 중량% 이하, 0.1 중량% 이하, 0.05 중량% 이하, 0.01 중량% 이하이고, 중량%는 제2 파트의 중량 대비이다.
- [0058] 하이드로실릴화 경화 억제제의 농도는 2-파트 경화성 실리콘 조성물의 중량을 기준으로 0.01 중량% 이상이다.
- [0059] 2-파트 경화성 실리콘 조성물의 사용은 전형적으로 동일한 중량부의 제1 파트와 제2 파트를 함께 혼합한 다음 이들을 경화시키는 것을 포함한다. 동일한 중량부의 혼합은 요구사항이 아니지만, 본원의 조성적 교시에 기초하여 이상적이다. 예를 들어, 혼합은 또한 60:40, 55:45, 50:50, 45:55, 40:60의 중량부 비율로 수행될 수 있으며, 여기서 비율은 중량부 제1 파트:중량부 제2 파트이다.
- [0060] 본 발명은 조성물 중량을 기준으로 하이드로실릴화 촉매로부터의 6 백만중량부 초과 백금 또는 조성물 중량을 기준으로 0.1 중량% 미만의 하이드로실릴화 억제제를 필요로 하지 않으면서 110℃ 이하의 온도에서 하이드로실릴화에 의해 신속 경화될 수 있고 1.6 미만의 SiH/C=C 비를 갖는 성형 가능한 실리콘 조성물을 제공한다.
- [0061] 실시예
- [0062] 표 1은 하기 본원에 기재된 샘플에 사용된 물질에 대한 정보를 제공한다.

[0063] [표 1]

물질	설명	공급처
알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산 A-1	하기 평균 화학식을 갖는 디메틸비닐실록산-말단의 디메틸 실록산: $[\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{493}$	The Dow Chemical Company로부터 SILASTIC™ SFD-120 폴리머로 구매 가능함.
알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산 A-2	3512 달톤의 중량 평균 분자량 및 0.12 몰%의 비닐 함량을 가지며 하기 평균 화학식을 갖는 디메틸비닐화 및 트리메틸비닐화 실리카: $[\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2}]_{0.09}[\text{Me}_2\text{SiO}_{1/2}]_{0.42}[\text{SiO}_{4/2}]_{0.45}[\text{HO}_{1/2}]_{0.04}$	US2676182의 교시에 따라 자일렌 중 72 중량% 용액으로서 제조.
선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1a	하기 평균 화학식을 갖는 수소-말단 디메틸 실록산: $[\text{HMe}_2\text{SiO}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{20}$	US5310843의 교시에 따라 제조.
선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1b	하기 평균 화학식을 갖는 수소-말단의 디메틸 실록산: $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}][\text{HMe}_2\text{SiO}_{1/2}][\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{25}[\text{HMeSiO}_{2/2}]$	US5310843의 교시에 따라 제조.
선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1c	하기 평균 화학식을 갖는 수소-말단 실록산인 디메틸 실록산: $[\text{HMe}_2\text{O}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_7$	US5310843의 교시에 따라 제조.
선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1d	하기 평균 화학식을 갖는 디메틸 실록산: $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{23}[\text{HMeSiO}_{2/2}]_2$	US5310843의 교시에 따라 제조.
선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1e	하기 평균 화학식을 갖는 수소 말단의 디메틸 실록산: $[\text{HMe}_2\text{O}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{115}$	US5310843의 교시에 따라 제조.
하이드로실릴화 촉매	백금 1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸디실록산 착물	Sigma- Aldrich로부터 구매 가능함.
수지성 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제 B-2	0.95 몰%의 H 및 809 달톤의 중량 평균 분자량을 갖는 하기 평균 화학식: $[\text{HMe}_2\text{SiO}_{1/2}]_{0.02}[\text{Me}_2\text{SiO}_{1/2}]_{0.62}[\text{SiO}_{4/2}]_{0.30}$	US4774310의 교시에 따라 제조.
선형 SiH 작용성 폴리오가노실록산 가교제 B-3	0.36 몰%의 H 및 7.2 제곱 밀리미터/초(센티스토크)의 동적 점도를 갖는 하기 평균 화학식: $[\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2}]_x[\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}]_{8.7}[\text{HMeSiO}_{2/2}]_{3.7}$	US3722247의 교시에 따라 제조.
하이드로실릴화 경화 억제제	1-에티닐-1-사이클로헥산올	Sigma Aldrich로부터 구매 가능함.

SILASTIC은 Dow Corning Corporation의 상표이다.

[0064]

[0065] 샘플 제조

[0066] 별도의 제1 및 제2 파트를 형성함으로써 하기 표에 기재된 2-파트 경화성 샘플을 제조한다. 알케닐-작용성 선형 폴리오가노실록산 A-1, 알케닐-작용성 수지성 폴리오가노실록산 A-2, 및 선형 SiH 작용성 사슬 연장제 B-1 성분을 명시된 중량비로 조합한 다음, 하이드로실릴화 촉매 성분에서 블렌딩함으로써 제1 파트를 제조한다. 혼합물이 적어도 24시간 동안 25℃에서 경화되도록 하여 예비중합체를 형성한다. 명시된 성분들을 명시된 중량비로 함께 블렌딩함으로써 제1 파트와 별도로 제2 파트를 제조한다.

[0067] 샘플 특성 분석

[0068] 하기 이동식 다이 레오미터(MDR) 시험 방법을 사용하여 샘플에 대한 경화 시간을 특성 분석한다.

[0069] **MDR 시험 방법**

[0070] 시험을 위해 Alpha Technologies Premier MDR-2000 디바이스를 사용한다. 50 마이크로미터 두께의 MYLAR™ 필

름(MYLAR은 DUPONT Teijin Films US의 상표임)을 디지털 저울의 칭량 트레이 상에 놓는다. 2-파트 경화성 실리콘 조성물의 동일한 중량부의 2개의 파트를 30초 동안 3500 분당 회전수로 함께 혼합하고, 대략 4 그램의 혼합된 조성물을 MYLAR 필름 상에 즉시 칭량한다. 제형을 제2의 50 마이크로미터 두께 MYLAR 필름으로 덮고, MYLAR 필름 사이의 샘플을 110℃의 정상 상태 온도에 있는 MDR 플레이트로 즉시 옮긴다. 대략 0.5 밀리미터의 두께로 MYLAR 필름에 대해 플레이트를 닫고 시험 전반에 걸쳐 1° 아크로 바닥 플레이트를 진동시킨다. 조성물이 경화됨에 따라 시간의 함수로서 토크-모듈러스의 플롯을 얻기 위해 110℃에서 10분 동안 매초마다 토크-모듈러스 값을 수집한다. 조성물이 1 데시뉴턴*미터(dNm)의 토크-모듈러스에 도달하는 데 걸리는 시간을 결정한다. 샘플이 60 초 이하 내에 1 dNm 토크-모듈러스에 도달하면, 이는 "빠른 경화"를 갖는 것으로 간주되고 특성 분석에 통과한 것이다. 더 긴 시간은 빠른 경화를 갖는 것으로 적격하지 않은 것으로서 특징 분석에 실패한 것이다.

샘플에 대한 제형 및 결과는 하기 표에 있다. 각 샘플의 성분에 대한 값은 그래프로 보고된다.

[표 2]

	성분	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
제 1 파트	A-1 (g)	49.95	44.95	44.95	44.95	49.95	49.95	47.45	49.45	47.45	47.45
	A-2 (g)	49.95	44.95	44.95	44.95	49.95	49.95	47.45	49.45	47.45	47.45
	사슬 연장제(g)	0.00	B-1c 10.00	B-1a 10.00	B-1b 10.00	0.00	0.00	B-1a 5.00	B-1b 1.00	B-1b 5.00	B-1a 5.00
	하이드로실릴화 촉매(g)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
제 2 파트	A-1 (g)	42.89	42.89	42.89	42.89	43.995	39.825	39.825	39.825	39.825	45.08
	A-2 (g)	42.89	42.89	42.89	42.89	43.995	39.825	39.825	39.825	39.825	45.08
	B-2 (g)	14.03	14.03	14.03	14.03	11.82	10.52	10.52	10.52	10.52	0.00
	하이드로실릴화 경화 억제제	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19
	사슬 연장제(g)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
	B-3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	9.64	9.64	9.64	9.64	9.65
SiH/C=C		1.2	1.2	1.2	1.2	1.0	1.26	1.26	1.26	1.26	0.3
촉매의 Pt 의 ppm		2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
1 dNm 까지의 시간(s)		73	*	*	*	67	126	84	93	110	**
합격/불합격		불합격	불합격	불합격	불합격	불합격	불합격	불합격	불합격	불합격	불합격

* 제 1 파트는 겔화되었거나 제 2 파트와 혼합하기에는 너무 점성이었음

** 10 분 이내에 경화되지 않았음.

[표 3]

	성분	1	2	3	4	5	6	7	8	9
제 1 파트	A-1 (g)	49.70	47.45	47.45	49.45	47.45	47.45	47.45	44.95	47.45
	A-2 (g)	49.70	47.45	47.45	49.45	47.45	47.45	47.45	44.95	47.45
	사슬 연장제(g)	B-1c 0.50	B-1c 5.00	B-1a 5.00	B-1b 1.00	B-1b 5.00	B-1d 5.00	B-1e 5.00	B-1e 10.00	B-1a 5.00
	하이드로실릴화 촉매(g)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
제 2 파트	A-1 (g)	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	43.995
	A-2 (g)	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	42.89	43.995
	B-2 (g)	14.03	14.03	14.03	11.82	14.03	14.03	14.03	14.03	11.82
	하이드로실릴화 경화 억제제	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19
	사슬 연장제(g)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
SiH/C=C		1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.0
촉매의 Pt 의 ppm		2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
1 dNm 까지의 시간(s)		57	50	49	57	54	47	54	59	60
합격/불합격		합격	합격	합격	합격	합격	합격	합격	합격	합격