



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109627770 A

(43)申请公布日 2019.04.16

(21)申请号 201811591862.0

C08K 3/26(2006.01)

(22)申请日 2018.12.25

C08K 7/26(2006.01)

(71)申请人 广州市白云化工实业有限公司

地址 510405 广东省广州市白云区广州民
营科技园云安路1号

(72)发明人 余良兵 蒋金博 罗银 范海健
江锋

(74)专利代理机构 广州华进联合专利商标代理
有限公司 44224

代理人 郑彤 万志香

(51)Int.Cl.

C08L 83/04(2006.01)

C08L 83/07(2006.01)

C08K 13/06(2006.01)

C08K 9/06(2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54)发明名称

脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制
备方法

(57)摘要

本发明涉及一种脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制备方法。所述脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶由A组分和B组分混合制备而成；所述A组分由包括以下重量分数的原料制备而成：聚二甲基硅氧烷100份；改性填料5-100份；补强树脂5-50份；增塑剂5-50份；所述B组分由包括以下重量分数的原料制备而成：二甲基硅油100份；交联剂10-100份；偶联剂5-50份；催化剂0.1-10份；所述改性填料由纳米碳酸钙、气相白炭黑、硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷制备而成。所述脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶具有高强度、高伸长率和高耐候性，并且胶料挤出性大，体系粘度较低，易于施工。

1. 一种脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶, 其特征在于, 由A组分和B组分混合制备而成;

所述A组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

聚二甲基硅氧烷 100 份;

改性填料 5-100 份;

补强树脂 5-50 份;

增塑剂 2-50 份;

所述B组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

二甲基硅油 100 份;

交联剂 10-100 份;

偶联剂 5-50 份;

催化剂 0.1-10 份;

所述改性填料由纳米碳酸钙、气相白炭黑、硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷制备而成。

2. 根据权利要求1所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶, 其特征在于, 所述A组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

聚二甲基硅氧烷 100 份;

改性填料 15-60 份;

补强树脂 15-20 份;

增塑剂 2-10 份;

所述B组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

二甲基硅油 100 份;

交联剂 20-30 份;

偶联剂 20-30 份;

催化剂 0.1-5 份。

3. 根据权利要求1所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶, 其特征在于, 所述改性填料的制备方法包括以下步骤:

将所述纳米碳酸钙和气相白炭黑混合, 搅拌, 搅拌速率为1000rpm~2000rpm, 得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子;

向所述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷, 在130℃-170℃反应1h-3h, 即得改性填料。

4. 根据权利要求1所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶, 其特征在于, 所述硅氮烷

和 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷的总质量为所述纳米碳酸钙和气相白炭黑总质量的1%-3%，纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为3-10:1，硅氮烷和 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷的质量比为0.5-2:1。

5. 根据权利要求1-4任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶，其特征在于，所述聚二甲基硅氧烷选自端羟基封端的聚二甲基硅氧烷、烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷和烷基封端的聚二甲基硅氧烷中的至少一种。

6. 根据权利要求1-4任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶，其特征在于，所述聚二甲基硅氧烷在25℃下的粘度为5000~80000mPa·s。

7. 根据权利要求1-4任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶，其特征在于，所述二甲基硅油在25℃下的粘度为500~20000mPa·s。

8. 根据权利要求1-4任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶，其特征在于，所述补强树脂选自甲基硅树脂、甲基苯基硅树脂、苯基硅树脂和乙烯基硅树脂中的至少一种；及/或，

所述增塑剂选自二甲基硅油、甲基苯基硅油、羟基硅油和白油中的至少一种，所述增塑剂在25℃下的粘度为10~1000mPa·s。

9. 根据权利要求1-4任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶，其特征在于，所述偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基二甲氧基硅烷、氯丙基三甲氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨基丙基甲基二甲氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基甲基二甲氧基硅烷、苯氨基甲基三甲氧基硅烷、二乙烯基三氨基丙基三甲氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷、环氧环己基甲基二乙氧基硅烷、氯丙基三乙氧基硅烷、 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷、 γ -氨基丙基甲基二乙氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三乙氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基甲基二乙氧基硅烷和苯氨基甲基三乙氧基硅烷中的至少两种；及/或，

所述交联剂选自正硅酸乙酯、正硅酸丙酯、聚硅酸乙酯、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、聚甲基三乙氧基硅烷低聚物、苯基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、甲基苯基二甲氧基硅烷、甲基苯基二乙氧基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷和二苯基二乙氧基硅烷中的至少两种；及/或，

所述催化剂选自二丁基二月桂酸锡、二丁基二乙酸锡、二丁基二辛酸锡、辛酸锡、钛酸异丙酯和钛酸正丁酯中的至少一种。

10. 一种权利要求1-9任一项所述的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

将所述聚二甲基硅氧烷、改性填料、补强树脂和增塑剂混合搅拌，混合温度为50℃-90℃，混合时间为40min-120min，得A组分；

将所述二甲基硅油、交联剂、偶联剂和催化剂混合，在氮气的保护下搅拌10min-30min，得B组分；

将所述A组分与所述B组分按照7-15:1的重量比混合，固化即得。

脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及密封胶技术领域,特别是涉及脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制备方法。

背景技术

[0002] 缩合型室温硫化(RTV)硅橡胶按产品形态可分为单组分、双组分。双组分缩合型RTV硅橡胶是最常见的RTV硅橡胶,它的主要特点是硫化时不放热、不吸热、不膨胀、收缩小、硫化可以在内部和表面同时进行,并可深部硫化;因此,双组分缩合型RTV硅橡胶在建筑、汽车、电子电器、机械、化工、轻工等领域获得广泛应用。近些年来,RTV硅橡胶取得了很大的发展,但是很多类型的RTV硅橡胶在使用时仍存在很多问题,包括粘接强度较之环氧树脂、聚氨酯胶粘剂等要低,限制了其进一步应用从而使其受到限制。目前来说,提高硅酮密封胶最有效的方式是通过加入纳米碳酸钙和气相白炭黑进行补强,但是由于气相白炭黑的比表面积过大,添加量太多容易导致体系粘度太大使得实际无法使用。

发明内容

[0003] 基于此,本发明提供一种脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制备方法,所述脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶具有高强度、高伸长率和高耐候性,并且胶料挤出性大,体系粘度较低,易于施工。

[0004] 具体技术方案为:

[0005] 一种脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶,由A组分和B组分混合制备而成;

[0006] 所述A组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

聚二甲基硅氧烷 100 份;

[0007] 改性填料 5-100 份;

补强树脂 5-50 份;

[0008] 增塑剂 2-50 份;

[0009] 所述B组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

二甲基硅油 100 份;

[0010] 交联剂 10-100 份;

偶联剂 5-50 份;

催化剂 0.1-10 份;

[0011] 所述改性填料由纳米碳酸钙、气相白炭黑、硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷制备而成。

[0012] 在其中一个实施例中,所述A组分由包括以下重量分数的原料制备而成:

- [0013] 聚二甲基硅氧烷 100 份；
改性填料 15-60 份；
补强树脂 15-20 份；
增塑剂 2-10 份；
- [0014] 所述B组分由包括以下重量分数的原料制备而成：
二甲基硅油 100 份；
- [0015] 交联剂 20-30 份；
偶联剂 20-30 份；
催化剂 0.1-5 份。
- [0016] 在其中一个实施例中，所述改性填料的制备方法包括以下步骤：
- [0017] 将所述纳米碳酸钙和气相白炭黑混合，搅拌，搅拌速率为1000rpm~2000rpm，得CaCO₃/SiO₂复合粒子；
- [0018] 向所述CaCO₃/SiO₂复合粒子中加入硅氮烷和γ-氨丙基三乙氧基硅烷，在130℃-170℃反应1h-3h，即得改性填料。
- [0019] 在其中一个实施例中，所述硅氮烷和γ-氨丙基三乙氧基硅烷的总质量为所述纳米碳酸钙和气相白炭黑总质量的1%-3%，纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为3-10:1，硅氮烷和γ-氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为0.5-2:1。
- [0020] 在其中一个实施例中，所述聚二甲基硅氧烷选自端羟基封端的聚二甲基硅氧烷、烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷和烷基封端的聚二甲基硅氧烷中的至少一种。
- [0021] 在其中一个实施例中，所述聚二甲基硅氧烷在25℃下的粘度为5000~80000mPa·s。
- [0022] 在其中一个实施例中，所述二甲基硅油在25℃下的粘度为500~20000mPa·s。
- [0023] 在其中一个实施例中，所述补强树脂选自甲基硅树脂、甲基苯基硅树脂、苯基硅树脂和乙烯基硅树脂中的至少一种。
- [0024] 在其中一个实施例中，所述增塑剂选自二甲基硅油、甲基苯基硅油、羟基硅油和白油中的至少一种。
- [0025] 在其中一个实施例中，所述增塑剂在25℃下粘度范围为10~1000mPa·s。
- [0026] 在其中一个实施例中，所述偶联剂选自γ-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、γ-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基二甲氧基硅烷、氯丙基三甲氧基硅烷、γ-(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷、γ-氨丙基三甲氧基硅烷、γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、苯氨基甲基三甲氧基硅烷、二乙烯基三氨基丙基三甲氧基硅烷、γ-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、γ-缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基二甲氧基硅烷、氯丙基三乙氧基硅烷、γ-氨丙基三乙氧基硅烷、γ-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基甲基二甲氧基硅烷和苯氨基甲基三乙氧基硅烷中的至少两种。

[0027] 在其中一个实施例中,所述交联剂选自正硅酸乙酯、正硅酸丙酯、聚硅酸乙酯、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、聚甲基三乙氧基硅烷低聚物、苯基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、甲基苯基二甲氧基硅烷、甲基苯基二乙氧基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷和二苯基二乙氧基硅烷中的至少两种。

[0028] 在其中一个实施例中,所述催化剂选自二丁基二月桂酸锡、二丁基二乙酸锡、二丁基二辛酸锡、辛酸锡、钛酸异丙酯和钛酸正丁酯中的至少一种。

[0029] 本发明还提供一种脱醇缩合型室温硫化硅橡胶的制备方法。

[0030] 具体技术方案为:

[0031] 一种脱醇型室温硫化硅橡胶的制备方法,包括以下步骤:

[0032] 将所述聚二甲基硅氧烷、改性填料、补强树脂和增塑剂混合搅拌,混合温度为50℃-90℃,混合时间为40min-120min,得A组分;

[0033] 将所述二甲基硅油、交联剂、偶联剂和催化剂混合,在氮气的保护下搅拌10min-30min,得B组分;

[0034] 将所述A组分与所述B组分按照7-15:1的重量比混合,固化即得。

[0035] 与现有方案相比,本发明具有以下有益效果:

[0036] 本发明在上述脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶中加入了改性填料,所述改性填料由纳米碳酸钙、气相白炭黑、硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷制备而成。其中,纳米碳酸钙和气相白炭黑可形成 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子,避免气相二氧化硅粒子发生团聚,再通过硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷对上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子进行改性,增强改性填料与聚二甲基硅氧烷之间的相容性。在改性填料和硅树脂的共同作用下,使硫化胶体系的力学性能更加优异。本发明室温硫化硅橡胶固化后强度、伸长率大大提高,同时,具有优异的粘接性能以及耐候性能,可以满足建筑、汽车、电子电器等场合所需的高性能粘接的要求。并且,将上述改性填料添加到硫化硅橡胶系统中后,胶料挤出性大,易于施工,并不会引起体系粘度增大过多,而影响实际应用。

[0037] 并且,本发明还采用了复合交联体系、复合偶联体系,进一步提高固化后硅橡胶的力学性能、耐候性能、耐老化性、耐热性和待化学品性等综合性能。

具体实施方式

[0038] 以下结合具体实施例对本发明的脱醇缩合型双组分室温硫化硅橡胶及其制备方法作进一步详细的说明。本发明可以以许多不同的形式来实现,并不限于本文所描述的实施方式。相反地,提供这些实施方式的目的是使对本发明公开内容理解更加透彻全面。

[0039] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的,不是旨在限制本发明。本文所使用的术语“和/或”包括一个或多个相关的所列项目的任意的和所有的组合。

[0040] 以下具体实施方式中所使用的原料,若无特殊说明,均可来源于市售。

[0041] 实施例1

[0042] 1、改性填料

[0043] 原料:纳米碳酸钙80重量份;气相白炭黑20重量份;硅氮烷0.75重量份; γ -氨丙

基三乙氧基硅烷0.75重量份(硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气相白炭黑质量百分数的1.5%,纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为4:1,硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为1:1。)

[0044] 制备:先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机,高速搅拌,搅拌速率为1500rpm,得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,对其进行表面处理,在150℃反应2h,即得改性填料。

[0045] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0046] A组分:将25℃时10000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,改性填料18重量份,甲基硅树脂20重量份,100mPa·s粘度的二甲基硅油2重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0047] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100重量份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯25重量份,甲基三甲氧基硅烷5重量份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷10重量份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅氧烷15重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷5重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合均匀后出料得到B组分。

[0048] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0049] 实施例2

[0050] 1、改性填料

[0051] 原料:纳米碳酸钙80重量份;气相白炭黑20重量份;硅氮烷0.75重量份; γ -氨丙基三乙氧基硅烷0.75重量份(硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气相白炭黑质量百分数的1.5%,纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为4:1,硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为1:1。)

[0052] 制备:先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机,高速搅拌,搅拌速率为1500rpm,得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,对其进行表面处理,在150℃反应2h,即得改性填料。

[0053] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0054] A组分:将25℃时10000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷80重量份,80000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷20重量份,改性填料28重量份,甲基硅树脂15重量份,100mPa·s粘度的二甲基硅油4重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0055] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯15重量份,聚甲基三乙氧基硅烷低聚物5重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷15重量份, γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷15重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0056] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0057] 实施例3

[0058] 1、改性填料

[0059] 原料:纳米碳酸钙80重量份;气相白炭黑20重量份;硅氮烷0.75重量份; γ -氨丙

基三乙氧基硅烷0.75重量份(硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气相白炭黑质量百分数的1.5%,纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为4:1,硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为1:1。)

[0060] 制备:先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机,高速搅拌,搅拌速率为1500rpm,得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,对其进行表面处理,在150℃反应2h,即得改性填料。

[0061] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0062] A组分:将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,改性填料38重量份,乙烯基硅树脂20重量份,150mPa·s粘度的二甲基硅油10重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0063] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入聚硅酸乙酯15重量份,聚甲基三乙氧基硅烷低聚物5重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷15重量份,环氧环己基甲基二甲氧基硅烷15重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0064] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0065] 实施例4

[0066] 1、改性填料

[0067] 原料:纳米碳酸钙80重量份;气相白炭黑20重量份;硅氮烷0.75重量份; γ -氨丙基三乙氧基硅烷0.75重量份(硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气相白炭黑质量百分数的1.5%,纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为4:1,硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为1:1。)

[0068] 制备:先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机,高速搅拌,搅拌速率为1500rpm,得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,对其进行表面处理,在150℃反应2h,即得改性填料。

[0069] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0070] A组分:将25℃时50000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,改性填料60重量份,甲基硅树脂20重量份,150mPa·s粘度的二甲基硅油10重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0071] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯20重量份,聚甲基三乙氧基硅烷低聚物10重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷15重量份, γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷15重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0072] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0073] 实施例5

[0074] 1、改性填料

[0075] 原料:纳米碳酸钙50重量份;气相白炭黑50重量份;硅氮烷0.75重量份; γ -氨丙基三乙氧基硅烷0.75重量份(硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气

相白炭黑质量百分数的1.5%，纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为1:1，硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷的质量比为1:1。)

[0076] 制备:先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机,高速搅拌,搅拌速率为1500rpm,得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入硅氮烷和 γ -氨丙基三乙氧基硅烷,对其进行表面处理,在150℃反应2h,即得改性填料。

[0077] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶的制备方法与实施例1相同。

[0078] 对比例1

[0079] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0080] A组分:将25℃时10000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,纳米碳酸钙10重量份,气相白炭黑8重量份,甲基硅树脂20重量份,100mPa·s粘度的二甲基硅油2重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0081] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯25重量份,甲基三甲氧基硅烷5重量份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷10重量份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅氧烷15重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷5重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0082] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0083] 对比例2

[0084] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0085] A组分:将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,纳米碳酸钙18重量份,甲基硅树脂20重量份,100mPa·s粘度的二甲基硅油2重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0086] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯25重量份,甲基三甲氧基硅烷5重量份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷10重量份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅氧烷15重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷5重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0087] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0088] 对比例3

[0089] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶

[0090] A组分:将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100重量份,气相白炭黑18重量份,甲基硅树脂20重量份,100mPa·s粘度的二甲基硅油2重量份加入到捏合机中,在80℃条件下捏合90min,待冷却后出料得到A组分。

[0091] B组分:在行星机内,将25℃时1000mPa·s粘度的二甲基硅油100份,在通氮气的状态下,分次加入正硅酸乙酯25重量份,甲基三甲氧基硅烷5重量份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷10重量份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅氧烷15重量份,N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷5重量份,二月桂酸二丁基锡0.3重量份,混合10min后,出料得到B组分。

[0092] 将A组分和B组分以质量比为12:1混合均匀,脱除气泡,在室温条件下完成固化即可。

[0093] 对比例4

[0094] 1、改性填料

[0095] 原料：纳米碳酸钙80重量份；气相白炭黑20重量份； γ -氨丙基三乙氧基硅烷1.5重量份（ γ -氨丙基三乙氧基硅烷的用量为纳米碳酸钙和气相白炭黑质量百分数的1.5%，纳米碳酸钙和气相白炭黑的质量比为4:1。）

[0096] 制备：先将纳米碳酸钙和气相白炭黑加入到高速混合机，高速搅拌，搅拌速率为1500rpm，得 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子。向上述 $\text{CaCO}_3/\text{SiO}_2$ 复合粒子中加入 γ -氨丙基三乙氧基硅烷，对其进行表面处理，在150℃反应2h，即得改性填料。

[0097] 2、脱醇缩合型室温双组分硫化硅橡胶的制备方法与实施例1相同。

[0098] 性能测试

[0099] 对上述实施例和对比例制得的双组分脱醇缩合型室温硫化硅橡胶的施工性能及其相关的力学性能进行测试。

[0100] 试样制备及养护：上述实施例和对比例中，按照质量比为12:1，采用相同的工艺条件，将A组分和B组分置于真空高速混合机中进行混合，分别将混合均匀的密封胶制备成玻璃铝片H形粘接试件，在23℃、50%RH的环境养护28天，测试拉伸强度。取同样的H型粘接试件，分别在80℃烘箱中放置14天、水紫外光照21天（水温45℃，光强2000Uw/cm³，玻璃面向光源），然后测试其力学性能。结果见表1。

[0101] 表1

[0102]

项目		实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实施 例 5	对比 例 1	对比 例 2	对比 例 3	对比 例 4
	A 组分 挤出性, g/min	23	21	19	13	15	13	30	6.1	12
	硬度, Shore A	35	37	39	44	36	34	33	37	35
23℃ 时拉 伸粘 接性	最大拉 伸强度, MPa	1.71	1.92	1.85	2.23	1.58	0.92	0.68	1.11	1.06
	最大拉 伸强度 伸长 率, %	289	276	298	267	312	234	256	284	208
	粘接破 坏面 积, %	0	0	0	0	0	0	0	0	0
80℃ 老化 后拉 伸粘 接性	最大拉 伸强度, MPa	1.68	1.82	1.71	1.96	1.52	0.68	0.53	1.12	0.78
	最大拉 伸强度 伸长 率, %	186	169	199	214	284	134	169	135	102
	粘接破 坏面 积, %	0	0	0	0	0	0	10	0	0
水紫 外后 拉伸 粘接 性	最大拉 伸强度, MPa	1.69	1.86	1.84	2.01	1.54	0.68	0.43	0.88	0.69
	最大拉 伸强度 伸长 率, %	356	321	346	388	422	258	334	299	238
	粘接破 坏面 积, %	0	0	0	0	0	15	30	20	10

[0103] 由表1可知,实施例1-5制备的双组分室温硫化硅橡胶具有较高的拉伸强度和伸长率,同时,经过80℃老化和水紫外照射后,拉伸强度和伸长率的变化不大,说明上述硫化硅

橡胶耐老化性能优异,并且,上述双组分室温硫化硅橡胶中,A组分的挤出性较大,相对于对比例1-3,在保持较高的拉伸强度和伸长率的基础上,胶料粘度明显减小,易于施工。

[0104] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合,为使描述简洁,未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述,然而,只要这些技术特征的组合不存在矛盾,都应当认为是本说明书记载的范围。

[0105] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明专利的保护范围应以所附权利要求为准。