[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08L 27/12 (2006.01)
C08L 83/04 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03816265.2

[45] 授权公告日 2007 年 4 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 1308393C

[22] 申请日 2003.6.6 [21] 申请号 03816265.2
[30] 优先权
[32] 2002. 6. 6 [33] US [31] 60/387,015
[86] 国际申请 PCT/US2003/017799 2003.6.6
[87] 国际公布 WO2003/104323 英 2003.12.18
[85] 进入国家阶段日期 2005.1.10
[73] 专利权人 陶氏康宁公司
地址 美国密执安
[72] 发明人 I·乔瓦思 G·戈诺维兹 Y·金
K·科瓦 D·罗姆尼斯科
L·汤奇 S·沃伦
[56] 参考文献
US6015858A 2000.1.18
US4263414A 1981.4.21
审查员 冯 奕

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所
代理人 刘明海

权利要求书 3 页 说明书 30 页

[54] 发明名称

氟代烃弹性体硅氧烷硫化橡胶

[57] 摘要

本发明披露了一种弹性体基组合物的制备方法，包括：(I)将(A)氟代烃弹性体与(B)相容剂，(C)任选的催化剂混合；(II)将步骤(I)的产物与(D)含可固化有机聚硅氧烷的硅氧烷基料，(E)任选的交联剂，(F)用量足以使所述有机聚硅氧烷固化的固化剂混合；和(III)使有机聚硅氧烷动态硫化，其中，氟代烃弹性体(A)与弹性体基组合物中硅氧烷基料(D)的重量比为95：5至30：70。 由本发明的弹性体基组合物获得的硫化橡胶组合物具有良好的耐油性。

1. 一种弹性体基组合物的制备方法，包括:

(I)将(A)氟代烃弹性体与(B)相容剂、(C)任选的催化剂混合，其中(B)相容剂选自：(B′)含两个或更多个烯烃基团的有机化合物，(B′′)含至少两个链烯基的有机聚硅氧烷，(B′′′)还包含连接至其硅原子上的至少一个可水解基团或至少一个羟基的烯烃-官能的硅烷，和(B′′′′)具有选自胺、酰胺、异氰脲酸酯、酚、丙烯酸酯、环氧和硫醇基团的至少一个有机官能团的有机聚硅氧烷;

(II)将步骤(I)的产物与(D)含可固化有机聚硅氧烷的硅氧烷基料、(E)任选的交联剂和(F)用量足以使所述有机聚硅氧烷固化的固化剂混合；和

(III)使有机聚硅氧烷动态硫化，其中，弹性体基组合物中氟代烃弹性体(A)与硅氧烷基料(D)的重量比为95：5至30：70;

其中，氟代烃弹性体(A)的玻璃化转变温度低于23℃。

2. 权利要求1的方法，其中，氟代烃弹性体(A)的玻璃化转变温度低于20℃。

3. 权利要求1的方法，其中，氟代烃弹性体(A)包括由具有与碳键合的活性基团的至少一种单体和具有与碳键合的氟的一种单体制备的聚合物、二元共聚物或三元共聚物，所述活性基团选自氢、氯、溴或碘。

4. 权利要求1的方法，其中，氟代烃弹性体(A)包括1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物，1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物，或1，1-二氟乙烯、四氟乙烯和全氟甲基乙烯基醚的三元共聚物。

5. 权利要求1的方法，其中，相容剂(B)选自羟基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷。

6. 权利要求1的方法，其中，相容剂(B)是异氰脲酸三烯丙基酯。

7. 权利要求1的方法，其中，相容剂(B)选自有机聚硅氧烷和氟代烃聚合物的反应产物。

8. 权利要求 1 的方法，其中，存在催化剂(C)并且所述催化剂是游离基引发剂。

9. 权利要求 8 的方法，其中，游离基引发剂是选自如下的有机过氧化物：氢过氧化物、二酰基过氧化物、酮过氧化物、过氧酯、二烷基过氧化物、过氧二碳酸酯、过氧缩酮、过氧酸、酰基烷基磺酰基过氧化物和烷基单过氧二碳酸酯。

10. 权利要求 1 的方法，其中，硅氧烷基料(D)包括含至少两个链烯基的二有机聚硅氧烷胶料。

11. 权利要求 10 的方法，其中，硅氧烷基料另外还包含填料(D′′)。

12. 权利要求 10 的方法，其中，存在交联剂(E)并且所述交联剂是含至少两个与硅键合氢原子的有机氢化硅化合物。

13. 权利要求 10 的方法，其中，固化剂(F)是氢化硅烷化催化剂。

14. 权利要求 13 的方法，其中，氢化硅烷化催化剂是铂催化剂。

15. 权利要求 1 的方法，其中，(A)包括 1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物，1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物，或 1，1-二氟乙烯、四氟乙烯和全氟甲基乙烯基醚的三元共聚物，(B)是羟基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷，(C)是存在的并且为有机过氧化物，(D)是含至少两个链烯基的二有机聚硅氧烷胶料，(E)是存在的并且其是在每个分子中含至少两个与硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷，和(F)是铂催化剂。

16. 权利要求 1 的方法，其中，硅氧烷基料(D)包括含至少两个与硅键合的羟基的二有机聚硅氧烷胶料。

17. 权利要求 16 的方法，其中，固化剂(F)是缩合固化催化剂。

18. 权利要求 1 的方法，其中，固化剂(F)是游离基引发剂。

19. 权利要求 1 的方法，其中，(A)包括 1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物，1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物，或 1，1-二氟乙烯、四氟乙烯和全氟甲基乙烯基醚的三元共聚物，(B)是羟基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷，(C)是存在的并且为有机过氧化物，(D)是含至少两个链烯基的二有机聚硅氧烷胶料，和(F)是有机过氧化物。

20. 由权利要求 1-19 任一项的方法生产的产物。

21. 一种由权利要求 20 的产物制备的固化氟代烃弹性体组合物。

氟代烃弹性体硅氧烷硫化橡胶

本发明涉及包含氟代烃和硅氧烷的弹性体基组合物的制备方法，由该方法制得的产品，以及由此获得的固化的氟代烃橡胶。尽管将硅氧烷引入了所述硫化橡胶组合物中，但其仍具有良好的耐油性。

氟代烃弹性体 FKM，由于其独特的内在性能，因此是一种重要的工业聚合物。尤其是在极其恶劣的化学和热条件下，已知其能够保持伸长性和抗张强度性能。业已发现，氟代烃弹性体可用作密封 O-环、模塑制品和挤塑制品，其中，最终的氟代烃弹性体基制品用于高温用途和/或用于其中所述制品暴露至恶劣化学环境中的用途。特别是，氟代烃弹性体通常用来制备机动车部件，如机油密封件、燃料管、各种 O-环、传动密封件以及在与燃烧发动机的操作条件相接触的同时必须保持其性能的其它部件。然而，氟代烃弹性体的费用限制了其在许多用途中的应用，而且在其它的一些情况下，目前的氟代烃弹性体缺乏可靠的物理性质，如低温挠曲性或模量以及低的硬度。

通过添加其它不太昂贵的烃或硅氧烷基聚合物或与其相结合来提供改性氟代烃弹性体，迄今只有相当少的成功尝试。由于氟代烃与这些聚合物的不相容性，因此将难以获得稳定、均匀的混合物。此外，混合物必须是可相互交联的。提供氟代烃和硅氧烷弹性体组合物的一些例子包括 US4942202，4985483，5010137，5171787 和 5350804。

US4942202 披露了一种橡胶组合物和硫化橡胶产品，其包括氟代烃。所述专利的组合物通过将有机过氧化物在剪切形变下与(I)硅橡胶，(II)当单独使用时不与有机过氧化物反应的饱和弹性体，和(III)在有机过氧化物存在下可与硅橡胶相互交联的另一弹性体反应而制得。另一弹性体(III)也可与组分(II)交联或充分混溶。

US4985483 披露了包含固化的硅氧烷材料的分散颗粒的氟橡胶组合物。所述专利的组合物包含每 100 重量份橡胶状、胶凝体状或树脂状的

微细固化的聚硅氧烷材料 0.1-30 重量份的氟代烃。在与氟代烃混合之前首先使聚硅氧烷材料固化。优选的是，在 4985483 专利中所用的硅氧烷材料是利用描述于 US4742142 中的水分散体技术制备的，该技术提供了尺寸小于 100 微米的硅橡胶颗粒。

US5010137 披露了包括有氟代烃的橡胶组合物，以及由其获得的油封和橡胶管。5010137 专利的组合物通过将聚有机氢硅氧烷和第 VIII 族过渡金属化合物与包含(I)含乙烯基的聚有机硅氧烷和(II)有机橡胶的形成橡胶的聚合物配混，并在剪切形变的同时使得到的配合物进行氢化硅烷化而获得。

US5171787 披露了硅氧烷基复合橡胶组合物，其中包括有氟代烃；及其各种应用。5171787 专利的组合物通过如下步骤制备：将(A)含聚有机硅氧烷和有机橡胶的形成橡胶的聚合物，(B)每个分子至少有两个可水解基团的硅化合物，和(C)催化水解和缩合反应的重金属化合物、胺或季铵盐混合；并使得到的配方进行水解和缩合反应，同时通过剪切抑制其形变；然后添加交联剂，之后是使所述有机橡胶进行交联。

US5350804 披露了一种复合橡胶组合物，其包含(a)有机橡胶状弹性体组合物，其在 100℃时门尼粘度至少 70，并将形成复合橡胶混合物的母料相；和(b)作为母料相中分散相的固化硅橡胶。

尽管这些专利在该领域中提供了一些建议，但仍存在着对氟代烃弹性体进行特定改性的需求，以便提供更低成本、高性能的弹性体体系，同时保持氟代烃的内在物理性能。特别是，需要提供其中要求高温和/或低温性能以及对燃料、油、排出气体或化学剂具有耐性的更低成本的氟代烃弹性体组合物。

本发明提供：基于利用动态硫化方法将硅氧烷与氟代烃掺混的氟代烃弹性体组合物。这些氟代烃基弹性体组合物由本发明新的混合方法得到。这些新的混合方法提供了：具有大量掺入氟代烃弹性体中的硅橡胶基组分的组合物。然而，由本发明弹性体基组合物制备的固化氟代烃橡胶组合物保持了许多希望的氟代烃物理性能，如燃料不浸透性。

业已利用动态硫化技术来制备基于氟代烃树脂的热塑性弹性体组

合物，如US6015858中的教导。然而，6015858专利的组合物基于利用在室温或更高温度具有玻璃化转变温度的氟代烃树脂，并没有教导如何制备氟代烃/硅氧烷弹性体组合物，所述组合物提供具有类似于单独氟代烃基组合物的燃料渗透性的固化组合物。

本发明提供一种弹性体基组合物的制备方法，所述组合物包含氟代烃和硅氧烷，在所述方法中，将硅氧烷基料与改性氟代烃弹性体混合，并随后在改性氟代烃内使硅氧烷基料进行动态硫化。因此，本发明涉及弹性体基组合物的制备方法，包括：(I)将(A)氟代烃弹性体与(B)相容剂、(C)任选的催化剂混合；(II)将步骤(I)的产物与(D)含可固化有机聚硅氧烷的硅氧烷基料、(E)任选的交联剂和(F)用量足以使所述有机聚硅氧烷固化的固化剂混合；和(III)使有机聚硅氧烷动态硫化，其中，弹性体基组合物中氟代烃弹性体(A)与硅氧烷基料(D)的重量比为95：5至30：70。

另外，本发明还涉及由所述方法获得的弹性体基组合物以及由此制得的固化的氟代烃弹性体组合物。

本发明方法的第一步(I)是将(A)氟代烃弹性体与(B)相容剂、(C)任选的催化剂混合。

所述第一步将生产出在本发明中称为“步骤(I)产物”的产物。通常，但并不要求，步骤(I)的产物可认为是改性的氟代烃弹性体。在本发明中使用的术语“改性氟代烃弹性体”指的是在进一步与硅氧烷基组合物混合之后，将产生具有氟代烃连续相和硅氧烷不连续相(即内相)的氟代烃/硅氧烷混合物的氟代烃弹性体。改性氟代烃弹性体可认为是化学改性或物理改性，这取决于对组分(A)、(B)以及任选的(C)的选择，以及在下文将描述的该混合步骤中使用的条件。在制备化学改性氟代烃弹性体的本发明的实施方案中，选择组分(A)、(B)以及任选的(C)，并以产生氟代烃弹性体和相容剂反应产物的方式进行混合。在制备物理改性氟代烃弹性体的本发明的实施方案中，选择组分(A)、(B)以及任选的(C)，并以产生氟代烃弹性体和相容剂物理状态混合物的方式进行混合。在这两种情况下，当步骤(I)的产物产生改性氟代烃弹性体时，以产生

氟代烃/硅氧烷混合物的方式对氟代烃弹性体(A)进行改性，在进一步与硅氧烷基组合物混合之后，该混合物将产生具有氟代烃连续相和硅氧烷不连续相(即内相)的混合物。

组分(A)是玻璃化转变温度(Tg)低于室温，优选低于 23℃，更优选低于 20℃，仍更优选低于 15℃，最优选低于 0℃的任何氟代烃弹性体。“玻璃化转变温度”指的是聚合物从玻璃态变成塑性状态时的温度。玻璃化转变温度可通过常规的方法测定，如动态力学分析(DMA)和差示扫描量热法(DSC)。氟代烃弹性体在本领域是熟知的并且许多可从市场上得到。氟代烃弹性体通常以 FKM 表示，并在本发明中用此缩写。在本发明中用作组分(A)的 FKM 弹性体的代表性的非限定性例子可在这类材料的综述文章中找到，例如: "Encyclopedia of Chemical Technology", Kirk-Othmer，第 4 版，第 8 卷，第 990-1005 页，John Wiley & Sons, NY; "Polymeric Materials Encyclopedia", J. C. Salamone，第 4 卷，第 2495-2498 页，CRC Press, NY ; "Encyclopedia of Polymer Science and Engineering，第 2 版，第 7 卷，第 257-269 页，以及 "Fluoroelastomers", K. -L. Ring, A. Leder, and K Sakota, Chemical Economics Handbook-SRI International 2000, Elastomers-Specialty 525.6000A，在此将所有这些文章引入作为参考。

因此，氟代烃弹性体可由下列含氟单体的组合组成: 1，1-二氟乙烯、六氟丙烯、五氟丙烯、三氟乙烯、氯三氟乙烯、四氟乙烯、氟乙烯、全氟代(甲基乙烯基醚)和全氟代(丙基亚乙烯基)。这些单体还能够与可共聚的单体进行共聚合，所述可共聚单体包括乙烯基化合物如丙烯酸酯，烯烃化合物如丙烯，和二烯化合物。用这种方法生产的氟橡胶的例子包括: 1，1-二氟乙烯-六氟丙烯共聚物，1，1-二氟乙烯-六氟丙烯-四氟乙烯三元共聚物，四氟乙烯-丙烯共聚物和四氟乙烯-1，1-二氟乙烯-丙烯三元共聚物。

作为选择，氟代烃弹性体包括 1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物、1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物，或 1，1-二氟乙烯、四氟乙烯和全氟甲基乙烯基醚的三元共聚物。

在化学改性氟代烃的实施方案中，(A)选自包含氟代烃聚合物的FKM，所述聚合物能与相容剂(B)反应产生改性氟代烃弹性体。通常，用于化学改性氟代烃实施方案的氟代烃弹性体组分(A)的氟代烃聚合物是：由具有与碳键合的活性基团的至少一种单体和具有与碳键合的氟的一种单体制备的聚合物、共聚物或三元共聚物，所述活性基团选自氢、氯、溴或碘。与碳键合的活性基团和与碳键合的氟可在同一单体中或在独立的单体中。氟代烃聚合物可相同或是各种氟代烃聚合物的混合物。因此，可以预期的是，氟代烃聚合物可以是二氟化亚乙烯或氟乙烯与一种或更多种氟代烯烃，如四氟乙烯(TFE)、六氟丙烯(HFP)或全氟烷基乙烯基醚，如全氟甲基乙烯基醚的共聚物。另外也可为 TFE 与乙烯的共聚物，或六氟丙烯与乙烯的共聚物。然而，在化学改性氟代烃弹性体的实施方案中，如下文所述，该氟代烃聚合物应当与相容剂反应。尽管不希望被任何理论束服，但本发明者相信，在至少一种单体中存在用来制备FKM 聚合物的选自氢、氯、溴或碘的与碳键合的活性基团使得氟代烃聚合物能够与相容剂，即化学改性氟代烃弹性体实施方案中的组分(B)反应。

可以预期的是，FKM 弹性体组分(A)可为氟代烃聚合物的混合物。然而，在化学改性氟代烃的实施方案中，至少 2%重量，优选至少 5%重量，或更优选至少 10%重量的氟代烃弹性体组合物应当包含如上所述由具有与碳键合的氢的至少一种单体和具有与碳键合的氟的一种单体制备的氟代烃聚合物。

用作组分(A)的代表性的非限定性的市售材料包括以如下商品名出售的氟代烃弹性体： VITON®(Dupont- Dow Elastomers, (Wilmington, DE))； Dyneon™ (Dyneon LLC (Oakdale, MN)) ； Tecnoflone®(Solvay Solexis, Inc. (Bollate, Italy))； Aflas™ (Asahi Glass Co. Ltd. (Ichihara, Chiba Prefecture))； 以及 Dai-el™ (Daikin Industries Ltd. (Settsu, Osaka Prefecture))。

根据本发明的方法，在任选的催化剂的存在下使 FKM 弹性体(A)与相容剂(B)混合，从而生产改性 FKM 弹性体。相容剂的结构并不是关键

的。相容剂的作用是对 FKM 弹性体进行改性，以便产生氟代烃/硅氧烷混合物，在进一步与硅氧烷基组合物混合时，所述混合物将产生具有氟代烃连续相和硅氧烷不连续相(即内相)的混合物。因此，相容剂(B)可选自预期能够对 FKM 弹性体进行改性从而增强硅氧烷基料(D)与 FKM 弹性体(A)混合，从而产生具有氟代烃连续相和硅氧烷不连续相(即内相)的任何烃、有机硅氧烷、氟代烃或其组合。然而，如下文所述，相容剂或得到的改性 FKM 弹性体必须不阻止有机聚硅氧烷组分的动态固化。

在物理改性氟代烃的实施方案中，相容剂(B)可选自本领域已知的任何相容剂，从而增强硅氧烷基料与 FKM 弹性体的混合。通常，所述相容剂是有机聚硅氧烷和氟代烃聚合物的反应产物。所述相容剂的代表性的非限定性例子描述于 US5554689 和 6035780 中，在此将这两篇文献引入作为参考。作为选择，相容剂可选自在混合过程中能与催化剂(C)或固化剂(F)反应的氟代烃。

在化学改性氟代烃的实施方案中，相容剂(B)通常可选自：(B′)包含两个或更多个烯烃基的有机(即非硅氧烷)化合物，(B′′)含至少两个链烯基的有机聚硅氧烷，(B′′′)烯烃-官能的硅烷，其也包含至少一个可水解基团或至少一个连接至其硅原子上的羟基，(B′′′′)具有至少一个有机官能基团的有机聚硅氧烷，所述基团选自胺、酰胺、异氰脲酸酯、酚、丙烯酸酯、环氧和硫醇基团，以及(B′)、(B′′)、(B′′′)和(B′′′′)的任何组合。

尤其是，有机相容剂(B′)可通过如下化合物来举例说明：邻苯二甲酸二烯丙基酯，异氰脲酸三烯丙基酯，2，4，6-三烯丙氧基-1，3，5-三嗪，1，3，5-三苯三酸三烯丙基酯，1，5-己二烯，1，7-辛二烯，2，2′-二烯丙基双酚 A，N，N′-二烯丙基酒石酸二酰胺，二烯丙基脲，丁二酸二烯丙基酯和二乙烯基砜。

相容剂(B′′)可以选自在分子中具有至少两个链烯基的线型、支链或环状的有机聚硅氧烷。所述有机聚硅氧烷的例子包括二乙烯基四甲基二硅氧烷，环三甲基三乙烯基三硅氧烷，环四甲基四乙烯基四硅氧烷，羟基端封端的聚甲基乙烯基硅氧烷，羟基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷-

共聚-聚二甲基硅氧烷，二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的聚二甲硅氧烷，四(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷和三(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)苯基硅烷。作为选择，相容剂(B′′)为羟基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷[HO(MeViSiO)$_x$H]低聚物，其粘度约为 25-100mPa-s，含 20-35%的乙烯基和 2-4%与硅连接的羟基。

相容剂(B′′′)为包含至少一个链烯基（通常包含乙烯基不饱和基）以及至少一个选自可水解基团或羟基的与硅连接部分的硅烷。合适的可水解基团包括烷氧基，芳氧基，酰氧基或酰氨基。所述硅烷的例子为：乙烯基三乙氧基硅烷，乙烯基三甲氧基硅烷，己烯基三乙氧基硅烷，己烯基三甲氧基，甲基乙烯基二硅烷醇，辛烯基三乙氧基硅烷，乙烯基三乙酰氧基硅烷，乙烯基三(2-乙氧基乙氧基)硅烷，甲基乙烯基二(N-甲基乙酰氨基)硅烷，甲基乙烯基二硅烷醇。

相容剂(B′′′′)是具有至少一个选自胺，酰胺，异氰脲酸酯，酚，丙烯酸酯，环氧和硫醇基团的有机官能团的有机聚硅氧烷。

在一个实施方案中，相容剂(B)选自有机聚硅氧烷和氟代烃聚合物的反应产物。

在下文描述的硅氧烷基料组分(D)的可固化有机聚硅氧烷部分也可起相容剂的作用。例如，可利用催化剂(C)，首先使硅氧烷基料(D)的可固化有机聚硅氧烷部分与 FKM 弹性体反应，从而产生改性 FKM 弹性体。然后，再将改性 FKM 弹性体与含可固化有机聚硅氧烷的剩余硅氧烷基料(D)混合，并如下所述对有机聚硅氧烷进行动态硫化。

可通过常规试验确定相对每 100 份 FKM 弹性体相容剂的用量。对于每 100 份 FKM 弹性体，通常使用 0.05-15 重量份，优选 0.05-10 重量份，更优选 0.1-5 重量份的相容剂。

任选的组分(C)为催化剂。通常，催化剂用于化学改性氟代烃的实施方案中。因此，它通常是选自在本领域中已知在高温下将产生游离基团的任何有机化合物的游离基引发剂。对所述引发剂没有特别的限制，并且可以是已知偶氮或重氮化合物的任一种，如 2，2′-偶氮二异丁腈，但优选选自有机过氧化物，如氢过氧化物，二酰基过氧化物，酮过氧化物，过氧酯，二烷基过氧化物，过氧二碳酸酯，过氧缩酮，过氧酸，酰基烷基磺酰基过氧化物和烷基单过氧二碳酸酯。然而，关键的要求是：

引发剂的半衰期应足够的短，以便在反应步骤(I)的时间和温度限制范围内促进相容剂(B)与FKM弹性体(A)的反应。温度的改变反过来又取决于所选FKM弹性体和相容剂的种类，并且通常低至与组分(A)-(C)均匀混合的实际温度一致。可以根据本发明的方法使用的合适过氧化物的具体例子尤其是包括：2，5-二甲基-2，5-二(叔丁基过氧)己烷，过氧化苯甲酰，过氧化二枯基，叔丁基过氧O-甲苯甲酸酯，环状过氧缩酮，氢过氧化叔丁基，过氧新戊酸叔丁酯，过氧化月桂酰和叔戊基过氧2-乙基己酸酯，过氧化二叔丁基，1，3-二(叔丁基过氧异丙基)苯，2，2，4-三甲基戊基-2-氢过氧化物，2，5-二(叔丁基过氧)-2，5-二甲基己炔-3，叔丁基-过氧-3，5，5-三甲基己酸酯，氢过氧化枯烯，过氧苯甲酸叔丁基酯和二异丙基苯单氢过氧化物。通常每100份FKM弹性体使用少于2重量份的过氧化物。作为选择，也可以使用0.05-1份，和0.2-0.7份。

除如上所述与催化剂选择有关的具体限定和工艺条件以外，步骤(I)的反应可在本领域中已知进行所述反应的各种条件下进行。

本发明方法的第二步骤(II)是将步骤(I)的产物与(D)含可固化有机聚硅氧烷的硅氧烷基料、(E)任选的交联剂和(F)用量足以使所述有机聚硅氧烷固化的固化剂混合。

组分(D)为包含可固化有机聚硅氧烷(D′)和任选的填料(D′′)的硅氧烷基料。在此，将可固化有机聚硅氧烷定义为具有至少两个存在于其分子中的可固化基团的任何有机聚硅氧烷。有机聚硅氧烷在本领域是熟知的，并且常指定为包含任何数量的M单元($R_3SiO_{0.5}$)，D单元(R_2SiO)，T单元($RSiO_{1.5}$)，或Q单元(SiO_2)，式中R独立地为任何一价烃基。作为选择，有机聚硅氧烷常描述为具有如下通式：$[R_mSi(O)_{4-m/2}]_n$，式中R独立地为任何一价烃基，且m=1-3，n至少为2。

在硅氧烷基料(D)中的有机聚硅氧烷在其分子中必须具有至少两个可固化基团。在本发明中使用的可固化基团定义为：其自身能够反应或者能够与另外的烃基反应，或者能够与交联剂反应而使有机聚硅氧烷交联的任何烃基。该交联将形成固化的有机聚硅氧烷。能够用于硅氧烷基料的可固化有机聚硅氧烷的代表性种类是在本领域中已知的在固化时

产生硅橡胶的有机聚硅氧烷。所述有机聚硅氧烷代表性的非限定性例子披露于："Encyclopedia of Chemical Technology"，(Kirk-Othmer，第 4 版，第 22 卷，，82-142 页，John Wiley & Sons，NY)，在此将其引入作为参考。通常，可通过在有机聚硅氧烷上采用各种固化基团，固化剂，以及任选的交联剂等的多种交联机理使有机聚硅氧烷固化。尽管存在着许多交联机理，但在本领域中用来由可固化有机聚硅氧烷制备硅橡胶的三种更常用的交联机理是游离基引发的交联，氢化硅烷化或加成固化，以及缩合固化。因此，可固化有机聚硅氧烷可选自(尽管不局限于此)能够进行在上述交联机理任一种的任何有机聚硅氧烷。选择组分(D)、(E)和(F)以与固化或交联机理相一致。例如，如果选择氢化硅烷化或加成固化的话，则包含带至少两个乙烯基(可固化基团)的有机聚硅氧烷的硅氧烷基料可用作组分(D′)，有机氢化(organohydrido)硅化合物可用作组分(E)，而铂催化剂可用作组分(F)。对于缩合固化，包含具有至少两个与硅连接的羟基(即硅烷醇，被认为是可固化基团)的有机聚硅氧烷的硅氧烷基料可选作组分(D)，并且本领域中已知的缩合固化催化剂如锡催化剂可选作组分(F)。对于游离基引发的交联，任何有机聚硅氧烷均能选作组分(D)，并且，如果其组合能够在动态硫化步骤(III)的时间和温度范围内固化的话，则游离基引发剂可选作组分(F)。取决于所述游离基引发的交联中组分(F)的选择，可将任何烷基如甲基认为是可固化基团，这是因为它们在所述游离基引发的条件下能够交联。

如在本发明中限定组分(D)、(E)和(F)的结合，硅氧烷相的用量取决于 FKM 弹性体(A)的用量而变化。然而，以组分(A)-(F)的总重量计，FKM 弹性体(A)的典型用量为 30-95wt%，优选为 50-90wt%，更优选为 60-80wt%。

另外，氟代烃弹性体(A)与硅氧烷基料(D)通常的重量比为 95:5-30:70，优选为 90: 10-40: 60，更优选为 80: 20-40: 60。

在本发明加成固化的实施方案中，可对组分(D)，(E)和(F)进行选择，以便在通过氢化硅烷化固化技术进行硫化工序期间产生硅橡胶。该实施方案在此称为氢化硅烷化固化实施方案。因此，在氢化硅烷化固化

实施方案中，(D′)选自二有机聚硅氧烷胶料，其在分子中包含具有 2-20 碳原子的至少两个链烯基和任选的(D′′)增强填料。链烯基的例子有：乙烯基，烯丙基，丁烯基，戊烯基，己烯基和癸烯基，优选乙烯基或己烯基。链烯基官能度的位置并不是关键的，并且它可以连接在分子链的末端，在分子链上非末端的位置，或在这两种位置上。通常，链烯基为乙烯基或己烯基，并且该基团在二有机聚硅氧烷中的含量为 0.0001-3%摩尔，优选为 0.0005-1%摩尔。二有机聚硅氧烷的剩余(即非链烯基)的与硅连接的有机基团独立地选自不含脂族不饱和基的烃或卤代烃基团。这些基团具体的例子有：有 1-20 碳原子的烷基，如甲基，乙基，丙基，丁基，戊基和己基；环烷基，如环己基和环庚基；有 6-12 个碳原子的芳基，如苯基，甲苯基和二甲苯基；具有 7-20 个碳原子的芳烷基，如苄基和苯乙基；以及具有 1-20 个碳原子的卤化的烷基，如 3，3，3-三氟丙基和氯甲基。当然，应当理解的是，对这些基团的选择基准为：使二有机聚硅氧烷具有低于室温的玻璃化转变温度(或熔点)，并且固化聚合物因此是弹性的。通常，在二有机聚硅氧烷中非链烯基的与硅连接的有机基团占二有机聚硅氧烷中有机基团的至少 85%摩尔，优选占至少 90%摩尔。

因此，聚二有机硅氧烷(D′)可为含所述有机基团的均聚物、二元共聚物或三元共聚物。其例子尤其是包括：含二甲基甲硅烷氧基单元和苯基甲基甲硅烷氧基单元的共聚物，含二甲基甲硅烷氧基单元和 3，3，3-三氟丙基甲基甲硅烷氧基单元的共聚物，二甲基甲硅烷氧基单元和二苯基甲硅烷氧基单元的共聚物，以及二甲基甲硅烷氧基单元、二苯基甲硅烷氧基单元和苯基甲基甲硅烷氧基单元的三元共聚物。分子结构也不是关键性的，例如可以是直链和部分支化的直链结构，线型体系是最为典型的结构。

二有机聚硅氧烷(D′)的具体例子包括：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；三甲基甲硅烷氧基封端的甲基苯基硅氧烷-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 3，3，3-三氟丙基甲基硅氧烷共聚物；三甲基甲硅烷氧基封端

的 3，3，3-三氟丙基甲基-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苯基聚硅氧烷；二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的甲基苯基硅氧烷-二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物；以及其中至少一个端基为二甲基羟基甲硅烷氧基的类似的共聚物。低温应用的典型体系包括：甲基苯基硅氧烷-二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物，和二苯基硅氧烷-二甲基硅氧烷-甲基乙烯基硅氧烷共聚物，特别是其中二甲基硅氧烷单元的摩尔含量约为 85-95%。

所述胶料也可以由两种或更多种有机聚硅氧烷的组合组成。作为选择，二有机聚硅氧烷(D′)为线型聚二甲基硅氧烷均聚物，和优选的是，在其分子的每端被乙烯基封端，或者其为在主链中也包含至少一个乙烯基的均聚物。

对于本发明，当通过 ASTM 测试法 926 进行测量时，二有机聚硅氧烷胶料的分子量应足以赋予至少约 30 的 Williams 塑性值。尽管对于组分(D′)的塑性值没有绝对的上限，但在常规混合设备中可加工性的实际情况通常将限制该值。通常，塑性值应当在 40-200 的范围内，或在 50-150 的范围内。

含高稠度不饱和基团的二有机聚硅氧烷的制备方法为大家所熟知，因此在本说明书中无需进行详细讨论。

任选的组分(D′′)是已知对二有机聚硅氧烷(D′)进行增强的任何填料，并优选选自微细的耐热矿物，如比表面积至少约 50 平方米/克的、煅制二氧化硅和沉淀二氧化硅，二氧化硅气凝胶和二氧化钛。煅制二氧化硅是基于其高表面积的典型的增强填料，所述表面积可高达 450 平方米/克。作为选择，可使用表面积为 50-400 平方米/克，优选 90-380 平方米/克的煅制二氧化硅。对于每 100 重量份二有机聚硅氧烷(D′)，填料的添加量约为 5-150 重量份，优选 10-100 重量份，更优选 15-70 重量份。

通常，对填料进行处理以便使其表面憎水，如硅橡胶领域中通常采

用的。这可通过使二氧化硅与液体有机硅化合物的反应来完成，所述有机硅化合物包含硅烷醇基团或硅烷醇基团的可水解前体。能够用作填料处理剂（在硅橡胶领域中也称为抗皱剂或增塑剂）的化合物包括例如如下成分：液体、低分子量、羟基或烷氧基封端的聚二有机硅氧烷，六有机二硅氧烷，环二甲基硅氮烷和六有机二硅氮烷。

组分(D)还可以包含通常用于硅橡胶配方的其它材料，包括但不局限于：抗氧化剂，交联助剂，处理剂，颜料，以及不妨碍下文所述步骤(III)的在本领域中已知的其它添加剂。

在本发明氢化硅烷化固化的实施方案中，添加化合物(E)并且它是与二有机聚硅氧烷(D′)交联的有机氢化硅化合物(E′)。有机氢化硅化合物是有机聚硅氧烷，其在每个分子中包含至少两个与硅连接的氢原子，在本发明方法的动态硫化步骤(III)中，所述分子与(D′)的链烯基官能团反应。进一步(分子量)的限定是：组分(E′)必须有键合至硅上的至少约 0.2%重量，优选 0.2-2 或 0.5-1.7%重量的氢。当然，本领域熟练技术人员应该认识的是，二有机聚硅氧烷(D′)或组分(E′)或这两者必须具有大于 2 的官能度，以便使二有机聚硅氧烷固化(即，这些官能度之和平均必须大于 4)。在组分(E′)中与硅键合的氢的位置并不是关键的，并且它可以连接在分子链的末端，在分子链上非末端的位置，或在这两种位置上。组分(E′)的与硅键合的有机基团独立地选自如上所述与二有机聚硅氧烷(D′)有关的饱和烃或卤代烃基的任一种，包括其优选的实施方案。组分(E′)的分子结构也不是关键性的，例如可以是直链结构、部分支化的直链结构、环状和网状结构、线型聚合物或共聚物是典型的结构。当然，应该认识的是，该组分必须与 D′相容(即它在二有机聚硅氧烷固化中是有效的)。

组分(E′)列举如下：低分子量硅氧烷，如 $PhSi(OSiMe_2H)_3$；三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢化聚硅氧烷；三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基氢化硅氧烷共聚物；二甲基氢化甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷；二甲基氢化甲硅烷氧基封端的甲基氢化聚硅氧烷；二甲基氢化甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷-甲基氢化硅氧烷共聚物；环甲基氢

聚硅氧烷；环二甲基硅氧烷-甲基氢化硅氧烷共聚物；四(二甲基氢甲硅烷氧基)硅烷；由$(CH_3)_2HSiO_{1/2}$，$(CH_3)_3SiO_{1/2}$，和$SiO_{4/2}$单元组成的硅树脂；和由$(CH_3)_2HSiO_{1/2}$，$(CH_3)_3SiO_{1/2}$，$CH_3Si_{3/2}$，$PhSiO_{3/2}$和$SiO_{4/2}$单元组成的硅树脂，其中，Ph在下文中表示苯基。

典型的有机氢化硅化合物是包含被$R_3SiO_{1/2}$或$HR_2SiO_{1/2}$单元封端的RHSiO单元的聚合物或共聚物，其中R独立地选自具有1-20碳原子的烷基，苯基或三氟丙基，通常是甲基。另外，组分(E′)的粘度在25℃时约为0.5-1000mPa-s，优选为2-500mPa-s。组分(E′)通常具有0.5-1.7%重量的键合至硅上的氢。作为选择，组分(E′)选自：基本上由甲基氢化硅氧烷单元组成的聚合物，或基本上由二甲基硅氧烷单元和甲基氢化硅氧烷单元组成的共聚物，其具有0.5-1.7%重量的键合至硅上的氢并且在25℃时的粘度为2-500mPa-s。这样的典型体系具有选自三甲基甲硅烷氧基或二甲基氢化甲硅烷氧基的端基。组分(E′)还可以是两种或更多种上述体系的组合。

有机氢化硅化合物(E′)的用量在下文所述组分(F)的存在下足以使二有机聚硅氧烷(D′)固化。通常，对其含量进行调节，以致使其中SiH与(D′)中Si-链烯基的摩尔比大于1。通常，SiH/链烯基之比小于约50，优选为1-20，更优选为1-12。这些SiH-官能材料在本领域是熟知的并且许多可从市场上得到。

在本发明氢化硅烷化固化的实施方案中，组分(F)是氢化硅烷化催化剂(F′)，它促进二有机聚硅氧烷的固化。举例性的催化剂例如有：铂催化剂，如铂黑，载在二氧化硅上的铂，载在碳上的铂，氯铂酸，氯铂酸的醇溶液，铂/烯烃配合物，铂/链烯基硅氧烷配合物，铂/β-二酮配合物，铂/膦配合物等等；铑催化剂，如三氯化铑和三氯化铑/二(正丁基)硫化物配合物等等；以及钯催化剂，如载在碳上的钯，氯化钯等等。组分(F′)通常是铂基催化剂，如氯铂酸；二氯化铂；四氯化铂；由氯铂酸和二乙烯基四甲基二硅氧烷反应而生产的铂配位催化剂，所述二乙烯基四甲基二硅氧烷用二甲基乙烯基甲硅烷氧基封端的聚二甲硅氧烷稀释，并根据US3419593(Willing)制备；以及根据US5175325(Brown等

人)制备的氯化亚铂和二乙烯基四甲基二硅氧烷的中和的配合物，在此将这些专利引入作为参考。作为选择，催化剂(F)是氯化亚铂和二乙烯基四甲基二硅氧烷的中和的配合物。

以足以促进有机聚硅氧烷(D′)和组分(E′)之间反应的催化量，将组分(F′)添加至本发明的组合物中，以便在动态硫化步骤(III)的时间和温度范围内使有机聚硅氧烷固化。通常，添加氢化硅烷化催化剂，以便以弹性体基组合物的总重量计，提供约 0.1-500ppm 的金属原子，优选为 0.25-50ppm。

在另一实施方案中，对组分(D)，(E)，和(F)进行选择以提供有机聚硅氧烷的缩合固化。对于缩合固化，具有至少两个与硅连接的羟基(即硅烷醇，被认为是可固化基团)的有机聚硅氧烷可选作组分(D)，将有机氢化硅化合物选作任选的交联剂(E)，并且将本领域中已知的缩合固化催化剂，如锡催化剂选作组分(F)。用作缩合可固化的有机聚硅氧烷的有机聚硅氧烷是任何有机聚硅氧烷，在其分子中包含至少两个与硅键合的羟基(或硅烷醇基团)。通常，在加成固化实施方案中，作为组分(D)在下文中描述的任何有机聚硅氧烷均可用作缩合固化实施方案中的有机聚硅氧烷，但链烯基在缩合固化实施方案不是必需的。用作任选的交联剂(E)的有机氢化硅化合物与下文所述用于组分(E)的相同。在该实施方案中用作固化剂的缩合催化剂是将促进二有机聚硅氧烷(D)的SiOH基团和有机氢化硅化合物(E)的 SiH 基团之间的缩合反应以便通过形成-Si-O-Si-键而使前者固化的任何化合物。合适催化剂的例子包括：金属羧酸盐，如二乙酸二丁基锡，二月桂酸二丁锡，三丙基醋酸锡，辛酸亚锡，草酸亚锡，萘酸亚锡；胺类，如三乙胺，亚乙基三胺；和季铵化合物，如苄基三甲基氢氧化铵，β-羟乙基三甲基铵-2-乙基己酸盐和β-羟乙基苄基三甲基二甲基丁氧化铵(例如参见US3024210)。

在另一实施方案中，对组分(D)，(E)和(F)进行选择以提供有机聚硅氧烷的游离基固化。在该实施方案中，有机聚硅氧烷为任何有机聚硅氧烷，但通常所述有机聚硅氧烷具有至少两个链烯基。因此，在加成固化实施方案中，对于(D′)合适选择的上述任一种有机聚硅氧烷也可用于

本发明的游离基实施方案中。在游离基固化实施方案中，不需要交联剂(E)。固化剂(F)可选自用于组分(B)选择的上述游离基引发剂的任一种。

除上述主要组分(A)-(F)之外，少量(即低于总组合物重量50%)的一种或更多种任选的添加剂(G)可掺入本发明的弹性体基组合物中。这些任选的添加剂可通过下列非限定性例子来举例阐明：增量填料，如石英，碳酸钙和硅藻土；颜料如氧化铁和二氧化钛；填料如炭黑和微细的金属；热稳定剂如水合氧化铈，氢氧化钙，氧化镁；和阻燃剂如卤代烃，三水氧化铝，氢氧化镁，钙硅石，有机磷化合物及其它阻燃剂(FR)材料。这些添加剂通常在动态固化之后添加至最终的组合物中，但它们也可以在制备的任何点添加，前提条件是，它们不干扰动态硫化机理。这些添加剂可与添加用来制备如下所述的固化弹性体组合物的辅助组分相同或不同。

本发明方法的第三个步骤(III)是使有机聚硅氧烷动态硫化。动态硫化步骤将使有机聚硅氧烷固化。因此，弹性体基组合物通常通过将硅氧烷基料(D)充分分散于改性FKM弹性体中，然后利用固化剂即组分(F)以及任选的交联剂即组分(E)使硅氧烷基料的有机聚硅氧烷动态硫化而制备。在能够均匀地将各组分分散于FKM中的任何装置中进行混合，如密炼机或双螺杆挤出机，对于工业制备而言后者是优选的。如前所述，在添加组分(D)-(F)之前，必须对FKM弹性体进行改性。在FKM弹性体改性之后，本领域熟练技术人员能够确定组分(D)-(F)的最佳混合顺序。通常，在(F)之后添加(G)，但这并不是关键的，只要(G)不干扰弹性体相的固化(例如(G)可与FKM弹性体进行预混合或与硅氧烷基料进行预混合)。

在典型的混合程序中，首先在混合机中于控制的温度下将FKM弹性体(A)和相容剂(B)混合，然后当使用时，再添加催化剂(C)。在该弹性体(化学)改性步骤期间使用的温度用实验确定，以便给引发剂(C)赋予最佳的半衰期。在该步骤期间，当组分(C)充分分解以便在规定的时间内将相容剂接枝至FKM弹性体(A)上的同时，它必须充分混入FKM弹性体/相容剂的组合中。如果温度过高，引发剂将过早地分解并使弹性体

的改性不充分；如果温度太低，将没有足够的引发剂分解并造成 FKM 弹性体几乎得不到改性。优选的是，在添加催化剂(C)之前，使相容剂与 FKM 弹性体充分混合。

FKM 弹性体的改性可一步完成，该步骤刚好在添加硅氧烷基料(D)，任选的交联剂(E)和第一固化剂(F)之前。作为选择，FKM 弹性体可分两步制备，首先对 FKM 弹性体进行改性，将其从混合机中取出，然后在随后的步骤中，再将改性的 FKM 弹性体回加至含有硅氧烷基料(D)，任选的交联剂(E)和第一固化剂(F)的混合机中。

已知用于混合所述弹性体材料的任何混合技术均可用于本发明的方法中，包括但不局限于班伯里密炼机、捏合机或轧辊。作为选择，可采用挤出方法。另外，本发明的混合步骤(I)和(II)以及动态硫化步骤(III)可通过利用双螺杆挤出机来完成。在本发明方法的一实施方案中，在低于 2 分钟的时间内，利用双螺杆挤出机进行混合。

另外，本发明还涉及根据本发明中教导的方法制备的弹性体组合物，以及由此制备的固化的弹性体组合物。本发明者相信：本发明的技术提供了独特且有用的弹性体组合物，这可通过本发明的氟代烃基弹性体组合物的固有物理性能与通过其它方法或技术制备的氟代烃弹性体和硅氧烷基料的类似组合的组合物相比来证明。此外，如下所述，由本发明的氟代烃基弹性体组合物制备的固化氟代烃弹性体也具有独特且有用的性能。例如，由本发明的氟代烃基弹性体组合物制备的固化氟代烃弹性体具有特别好的烃类燃料膨胀性能和低的渗透性。许多聚硅氧烷，尤其是二甲基聚硅氧烷基橡胶，当与烃燃料接触时已知体积将膨胀。因此，当聚硅氧烷与氟代烃接触时，得到的固化弹性体组合物当与单独的氟代烃比较时，常常具有较差的燃料膨胀性或渗透性。尽管不希望被任何理论束服，本发明者相信，本发明的方法提供了其中硫化硅氧烷相(由就地动态硫化制得)充分扩散在氟代烃内的组合物。换句话说，氟代烃可认为是混合物的连续相，而硅氧烷被认为是内相。因此，当固化的组合物与烃类燃料接触时，氟代烃连续相使烃类燃料与硅氧烷相的直接接触最小化。其次，当与包含相当量硅氧烷，但通过其它技术如硅橡胶

与氟代烃弹性体简单混合而制备的固化氟代烃弹性体组合物(尤其是硅橡胶)的燃料膨胀性能相比时，根据本发明的技术制备的固化 FKM 弹性体组合物的燃料膨胀性能或燃料渗透性基本上不下降。此外，在本发明组合物的其它应用中，还预期有另外物理性质的益处，其能够有利地防止氟代烃混合物中的聚硅氧烷相与外部介质接触，而所述外部介质可能会对聚硅氧烷相另外地产生副作用。

通过已知的固化技术，通过使本发明氟代烃基弹性体组合物的 FKM 弹性体组分固化，可制备本发明的固化的 FKM 弹性体组合物。FKM 弹性体以及在固化前添加的辅助组分的固化在本领域是熟知的。可使用任何已知的技术和添加剂使本发明的氟代烃基弹性体组合物固化并由此制备固化的氟代烃弹性体。固化技术以及典型添加剂的代表性的例子披露于: "Encyclopedia of Chemical Technology", (Kirk-Othmer, 第 4 版, 第 8 卷, , 第 990-1005 页, John Wiley & Sons, NY), 在此将其引入作为参考。此外，能够利用的固化技术以及典型添加剂的代表性的非限定性例子描述于由 FKM 弹性体主要供应商提供的技术情报出版物中，例如，示于 www.dyneon.com(2002 年 5 月)上，由 Dyneon 提供的 Fluoroelastomers ; Compounding Fluoroelastomers , 和 Fluoroelastomers Curing Fluoroelastomers。通常，通过利用固化剂的三种交联机理之一使 FKM 弹性体固化，所述固化剂选自二胺化合物，双酚鎓化合物，或过氧化物。(为了使 FKM 弹性体固化而添加的固化剂在本发明中称为 FKM 固化剂，以便将这些固化剂与添加用来固化本发明硅氧烷基料组分的固化剂区分开。) FKM 弹性体的固化方法通常也包括两个步骤。第一步常常包括在模具中进行加热和加压以便使制品定型，然后进行任选的的高温后固化步骤，从而生产出最终的固化产品。

在使 FKM 弹性体组分固化之前，可将辅助组分添加至氟代烃基弹性体组合物中。这些辅助组分可为通常添加至 FKM 弹性体或 FKM 弹性体胶料中以便制备固化 FKM 弹性体组合物的任何组分或配料。通常，这些组分可选自酸接受剂，填料，加工助剂，以及熟化剂。许多市售 FKM 弹性体已经包含这些辅助组分。具有这些辅助组分的 FKM 弹性体可用作如上

所述的组分(A)，前提条件是，它们不阻止本发明方法的第 III 步骤中硅氧烷基料的动态硫化。作为选择，在使 FKM 弹性体最终固化之前，可将所述辅助组分添加至氟代烃基弹性体组合物中。

用来由本发明的氟代烃基弹性体组合物制备固化 FKM 弹性体的酸接受剂的非限定性例子包括：氢氧化钙，氧化镁，氧化铅(一氧化铅)，$PbHPO_3$(Dyphos)，氧化钙和氧化锌。

熟化剂是添加至基础 FKM 弹性体组合物中以增强 FKM 弹性体固化的任何组分。因此，熟化剂可包括 FKM 固化剂，固化-促进剂和酸接受剂(如上所述)。例如，基础 FKM 弹性体可以通过掺入下列成分而进行交联从而提供更有用的固化：FKM 固化剂或 FKM 固化剂如双酚和有机鎓盐促进剂的组合，例如双酚 A 或双酚 AF 与三苯基苄基氯化膦或二苯基苄基(二乙胺)氯化膦的组合；多官能有机胺或胺类的衍生物，如氨基甲酸盐，例如氨基甲酸六亚甲基二胺；以及与由过氧化物分解产生的游离基一起起作用的有机过氧化物和固化促进剂。

另外，固化 FKM 弹性体组合物还可以包含填料。填料的例子包括：炭黑；煤粉；二氧化硅；金属氧化物，例如氧化铁和氧化锌；硫化锌；碳酸钙；钙硅石，硅酸钙，硫酸钡，以及本领域中已知的其它填料。

在此描述的固化氟代烃弹性体预期将具有与常规 FKM 弹性体类似的燃料膨胀性能和/或耐化学性，但还具有改善的低温性能和加工性能。因此，本发明的固化弹性体可以类似的方式用作常规或已知的高性能弹性体，包括 FKM 弹性体和硅氧烷弹性体。他们可用于构成各种制品，其非限定性的例子有：供包括但不局限于运输应用领域(包括机动车，舰艇，和飞行器)使用的 O-环，垫片，密封件，衬里，管，管状材料，挡板，护罩阀门，带子，盖层，涂层，轧辊，模制品，挤塑片材，堵缝材料，和挤出制件；化学和石油装置；电子设备；电线和电缆；食品加工设备；核动力装置；航天设备；医药用途；和油汽钻探工业应用，以及通常利用高性能弹性体如 ECO，FKM，HNBR，丙烯酸系橡胶和聚硅氧烷弹性体的其它应用。

实施例

提供以下实施例，以进一步阐明本发明的组合物和方法，但这并不构成对本发明的限定，本发明由所附权利要求书限定。除非另有说明，在实施例中所有份数和百分数均以重量计，并且所有测量值均在约 23℃获得。

材料

原料 1(BASE 1)是由如下定义的 68.78%PDMS 1，25.8%表面积约 250m^2/g 的锻制二氧化硅(Cab-O-Sil® MS-75，Cabot Corp.，Tuscola，IL.)，5.4%平均聚合度(DP)约 8 的羟基封端的二有机聚硅氧烷制得的硅橡胶基料。

原料 2 是由如下定义的 53.68%PDMS 1，35.5%表面积约 250m^2/g 的煅制二氧化硅，10.8%平均聚合度(DP)约 8 的羟基封端的二有机聚硅氧烷制得的硅橡胶基料。

催化剂 1 是 1.5%的 1，3-二乙烯基-1，1，3，3-四甲基二硅氧烷的铂配合物；6%的四甲基二乙烯基二硅氧烷；92%的二甲基乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷和 0.5%的具有 6 个或更多个二甲基硅氧烷单元的二甲基环聚硅氧烷。

TRIG 101 是 2，5-二甲基-2，5-二(叔丁基过氧)正己烷(CAS#78-63-7)，由 Akzo Nobel Chemicals，Inc.以 TRIGONOX®101 市售。

TRIG A-W70 是 70%氢过氧化叔丁基(CAS#75-91-2)于 30%水中的溶液，由 Akzo Nobel Chemicals，Inc.以 TRIGONOX® A-W70 市售。

VAROX 是在惰性填料上的 2，5-二甲基-2，5-二(叔丁基过氧)正己烷，由 R.T. Vanderbilt，Company，Inc.以 VAROX® DBPH-50 市售。

DI-CUP 是过氧化二枯基(CAS#80-43-3)，由 Hercules，Inc.以 Di-Cup®市售。

相容剂 1 是羟基封端的甲基乙烯基硅氧烷低聚物，其粘度约为 35mPa-s，并且包含 30%的-CH=CH_2基团和 3%的羟基。

TAIC 是三烯丙基-1，3，5-三嗪-2，4，6-(1H，3H，5H)-三酮

(CAS#1025-15-6)，又名异氰脲酸三烯丙酯，由 Aldrich Chemical Company，Inc.市售。

DIAK-1 是氨基甲酸六亚甲基二胺(CAS#143-06-6)由 Dupont Dow Elastomers，LLC 以 Diak® No.3 市售。

DIAK-3是N,N′-二亚肉桂基-1,6-己二胺(CAS# 140-73-8)由Dupont Dow Elastomers，LLC以Diak® No.3市售。

VC-20 是由 67%的 1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物(CAS# 9011-17-0)和 33%的苄基三苯基氯化膦(CAS#1100-88-5)制得的母料，由 Dupont Dow Elastomers，LLC 以 Viton™ Curative No.20 市售。

VC-30 是由 1，1-二氟乙烯和六氟丙烯的共聚物(CAS#9011-17-0)，1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物(CAS#25190-89-0)，双酚 AF(CAS#1478-61-1)，和 4，4′-二氯二苯基砜(CAS#80-07-9)制得的母料，由 Dupont Dow Elastomers，LLC 以 Viton™ Curative No.30 市售。

GF 由 1，1-二氟乙烯、六氟丙烯、四氟乙烯和一溴四氟丁烯的共聚物(CAS# 74398-72-4)制得，由 Dupont Dow Elastomers，LLC 以 Viton™ GF 市售。

B-600 由 1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物(CAS# 25190-89-0)制得，由 Dupont Dow Elastomers，LLC 以 Viton™ B-600 市售。

FT 2430 由 1，1-二氟乙烯、六氟丙烯和四氟乙烯的三元共聚物制成，并由 3M(Minneapolis，MN)以 Dyneon™ FT-2430 市售。

碳酸钙得自 Fisher Scientific(Catalog# C64-500)。

氢氧化钙得自 Fisher Scientific(Catalog# C88-500)。

C-100 是由 Chevron Chemical Company 以 C-100 压缩乙炔黑市售的炭黑。

MAGLITE Y 是由 C. P. Hall Company 以 Maglite® Y 市售的低活性氧化镁(CAS# 1309-48-4)。

MAGLITE D 是由 C. P. Hall Company 以 Maglite® D 市售的低活性

氧化镁(CAS# 1309-48-4)。

N990 由 Engineered Carbons, Inc.以 MT Carbon Black N990 市售的炭黑。

CRI-ACT-45 是由 Cri-Tech(a division of IMMIX Technologies, LLC)提供的、于含氟弹性体上的 2/1 配比的 $Ca(OH)_2$和氧化镁的 45%的活性分散体。

PDMS 1 是 Williams 塑性值为 60、由 99.81wt%Me_2SiO 单元，0.16 % MeViSiO 单元和 0.03%$Me_2ViSiO_{1/2}$单元组成的胶料。

X-LINKER 1 是主要由 65.6 % MeHSiO 单元，32.3 %Me_2SiO 单元和 1.8%$Me_3SiO_{1/2}$单元组成的 SiH-官能的交联剂，并且其粘度约为 29mPas。

测试

通过基于 ASTM D412 的程序，对固化弹性体基组合物的抗张强度，伸长率，以及 100%模量性能进行测量。通过基于 ASTM D2240 的程序测量肖氏 A 硬度。

通过改进的 ASTM E96 方法，利用 Payne 杯评估渗透性。CE 10 试验燃料是在标准燃料 C 中 10%体积的乙醇。将 CE10 置于所述杯中，将橡胶挡板置于杯顶部，然后通过用定位螺丝紧压的密封用具密封。使杯颠倒以便使燃料直接与挡板接触。进行重量损失的测量，直至渗透速率恒定为止。利用挡板的表面积，根据 ASTM E96 计算渗透速率，并以毫米.克/平方米.天为单位报道。

实施例 1

于 220℃、50rpm(每分钟转数)下，将 GF(50.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加原料 1(13.7g)并使之平衡 5 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.22 g)并使这些材料平衡 5 分钟。滴加催化剂 1(0.084g)，并在 7 分钟之后达到 13Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加碳酸钙(3.0 克)和 C-100(15.0 克)，并且平衡时，获得 40Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(65.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 TAIC(1.85g)滴加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

将 VAROX(1.05g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 2

于 220℃、50rpm(每分钟转数)下，将 GF(50.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中，此时的处理转矩为 6Nm。3 分钟之后，添加相容剂 1(0.60g)，此时的处理转矩下降至零。充分混合 3 分钟之后，处理转矩又回升至 6Nm。添加 TRIG A-W70(0.14 g)并使这些材料平衡 4 分钟。添加原料 1(13.7g)并使之平衡 7 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.27g)并使这些材料平衡 9 分钟。滴加催化剂 1(0.080g)，并在 8 分钟之后达到 15Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加碳酸钙(3.0 克)和 C-100(15.0 克)，并且平衡时，获得 37Nm 的最大处理转矩。

在对弹性体基组合物(65.0g)冷却后，将 TAIC(1.89g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中，直至各组分均匀为止。然后将 VAROX(1.05g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 3

于 170℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(45.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加原料 1(12.3g)并使之平衡 3 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.19g)并使这些材料平衡 7 分钟。滴加催化剂 1(0.083g)，并在 7 分钟之后达到 8Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加 MAGLITE Y(6.75 克)和 C-100(11.25 克)，并在平衡时，获得 22Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(65.3g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。然后将 DIAK-3(1.26g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 4

于 180℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(45.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 2 分钟之后，添加相容剂 1(0.55g)。在充分混合 2 分钟之后，添加 DI-CUP(0.13g)并使这些材料平衡 5 分钟。添加原料 1(12.3g)并使之平衡 3 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.19g)并使这些材料平衡 5 分钟。滴加催化剂 1(0.088g)，并在 8 分钟之后达到 8Nm

的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加 MAGLITE Y(6.75 克)和 C-100(11.25 克)，并在平衡时，获得 38Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(70.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。然后将 DIAK-3(1.35g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 5

于 170℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(45.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 4 分钟之后，添加原料 1(12.3g)并使之平衡 4 分钟。添加 VAROX(0.12g)，并且没有观察到处理转矩的增加。在 6 分钟之后，将混合机的设定温度增加至 180℃。在 2 分钟之后，添加附加量的 VAROX(0.12g)，并在 9 分钟之后达到 10Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加 MAGLITE Y(6.75 克)和 C-100(11.25 克)，并在平衡时，获得 22Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(70.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。然后将 DIAK-3(1.35g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 6

于 170℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(45.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加相容剂 1(0.56g)。在充分混合 2 分钟之后，添加 DI-CUP(0.13g)并使这些材料平衡 3 分钟。添加原料 1(12.3g)并使之平衡 5 分钟。添加 VAROX(0.13g)，并在 5 分钟之后达到 9Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加 MAGLITE Y(6.75 克)和 C-100(11.25 克)，并在平衡时，获得 28Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(70.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。然后将 DIAK-3(1.35g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 7

于 180℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(50.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 7 分钟之后，添加原料 1(13.7g)

并使之平衡 6 分钟。添加 VAROX(0.14g)，并且观察到处理转矩的轻微增加。在 3 分钟之后，添加附加量的 VAROX(0.14g)，并在 12 分钟之后达到 9Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加氢氧化钙(3.0 克)，MAGLITE D(1.5g)和 N990(15.0 克)，并且在平衡时，获得 20Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(65.1g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(1.17g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-30(1.48g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 8

于 180℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(50.0g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加相容剂 1(0.62g)。在充分混合 1 分钟之后，添加 DI-CUP(0.15g)并使这些材料平衡 2 分钟，在平衡时将混合机的设定温度降低至 170℃。在 1 分钟之后，添加原料 1(13.7g)并使之平衡 2 分钟。添加 VAROX(0.14g)，并且观察到处理转矩的增加。在 5 分钟之后，添加附加量的 DI-CUP(0.14g)，并在 5 分钟之后达到 11Nm 的平衡处理转矩。最后，逐渐地添加氢氧化钙(3.0 克)，MAGLITE D(1.5g)，和 N990(15.0 克)，并且在平衡时，获得 26Nm 的最大处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(67.5g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(1.20g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-30(1.52g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 9

于 200℃、50rpm(每分钟转数)下，将 GF(50.7g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 5 分钟之后，添加原料 1(13.7g)并使之平衡 5 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.10g)并使这些材料平衡 7 分钟。滴加催化剂 1(0.067g)，并在 7 分钟之后达到 17Nm 的平衡处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(63.6g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。将 TAIC(1.81g)滴加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VAROX(1.05g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 10

于 220℃、50rpm(每分钟转数)下，将 GF(50.7g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加相容剂 1(0.60g)。在充分混合 3 分钟之后，添加 VAROX(0.15g)并使这些材料平衡 4 分钟。添加原料 1(13.7g)并使之平衡 4 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.23g)并使这些材料平衡 6 分钟。滴加催化剂 1(0.090g)，并在 5 分钟之后达到 15Nm 的平衡处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(63.6g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。将 TAIC(1.80g)滴加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VAROX(1.06g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 11

于 220℃、50rpm(每分钟转数)下，将 GF(50.7g)添加至装有滚转转子的 69 ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加原料 1(13.7g)并使之平衡 6 分钟。滴加 X-LINKER 1(1.23g)并使这些材料平衡 5 分钟。滴加催化剂 1(0.086g)，并在 7 分钟之后达到 15Nm 的平衡处理转矩。

在冷却后，将弹性体基组合物(65.0g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。以 20 吨的压力，于 177℃，在没有熟化剂的情况下对这些材料压模 10 分钟。

以 20 吨的压力，于 177℃，对实施例 1-10 的弹性体基组合物压模 10 分钟。在 232℃对实施例 5-8 的材料后固化 24 小时。

就其耐油性对由实施例 9 和 10 得到的固化氟代烃基弹性体进行评估。在室温下，在标准燃料 C 中进行燃料膨胀 70 小时；该方法按照 ASTM D471 进行。实施例 9 的固化弹性体基组合物(没有相容剂)具有 31.5%的平均体积溶胀，而实施例 10 的固化弹性体基组合物(有相容剂)具有 23.7%的平均体积溶胀。

表 1

实施例号	相容剂	抗张强度（MPa）	伸长率（%）	最终扭矩（Nm）
1	无	8. 0	211	40
2	有	8. 5	160	37
3	无	2. 5	70	22
4	有	2. 7	89	38
5	无	1. 9	169	22
6	有	2. 0	194	28
7	无	3. 3	326	20
8	有	4. 0	289	26
9	无	5. 7	697	17
10	有	8. 1	571	15
11	无	1. 3	1000*	15

*试样没被催化并且不断裂

实施例 12

于 180℃、50rpm(每分钟转数)下，将 B-600(49.78g)添加至装有滚转转子的 69ml Haake 混合机中，此时的处理转矩为 30Nm。在 3 分钟之后，添加 GF(7.47g)并使这些材料平衡 4 分钟。在充分混合 4 分钟之后，添加 TRIG 101(0.30g)并使这些材料平衡 5 分钟。然后添加原料 2(21.35g)并使之平衡 3 分钟。滴加 TRIG 101(0.50g)并在 5-6 分钟之后达到平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(77.59g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(1.64g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。接着，将 VC-30(2.08g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。然后，将 CRI-ACT 45(10.93g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 13(对比例)

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 B-600(49.78g)添加至装有滚转

转子的 69ml Haake 混合机中，此时的处理转矩为 30Nm。在 3 分钟之后，添加 GF(7.47g)并使这些材料平衡 4 分钟。然后添加原料 2(21.35g)并使之平衡 3 分钟。滴加 TRIG 101(0.50g)并在 5-6 分钟之后达到平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(77.18g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(1.64g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。接着，将 VC-30(2.07g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。然后，将 CRI-ACT 45(10.91g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 14

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 B-600(223.6g)添加至装有滚转转子的 310ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加 TAIC(5.41g)并使这些材料平衡 4 分钟。在充分混合 4 分钟之后，添加 TRIG 101(1.34g)并使这些材料平衡 5 分钟。然后添加原料 2(95.91g)并使之平衡 3 分钟。滴加 TRIG 101(2.89g)并在 5-6 分钟之后达到平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(300g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(6.90g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。接着，将 VC-30(8.74g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。然后，将 CRI-ACT 45(45.99g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 15(对比例)

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 B-600(223.6g)添加至装有滚转转子的 310ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加 TAIC(5.41g)并使这些材料平衡 4 分钟。在充分混合 4 分钟之后，添加原料 2(95.91g)并使这些材料平衡 3 分钟。滴加 TRIG 101(2.89g)并在 5-6 分钟之后达到平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(300g)添加至于 65℃的加热的 2-辊研磨机中。将 VC-20(6.87g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。接着，将 VC-30(8.70g)添加至研磨机中，并对各组分混合直

至均匀。然后，将 CRI-ACT 45(45.80g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 16

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 FT 2430(224.87g)添加至装有滚转转子的 310ml Haake 混合机中。在 6 分钟之后，添加相容剂 1(5.46g)。在充分混合 10 分钟之后，添加 TRIG 101(1.37g)并使这些材料平衡 4 分钟，此时材料的温度为 195℃。然后添加原料 2(91.87g)并使之平衡 8 分钟。添加 TRIG 101(2.76g)，并在 5 分钟之后达到 90Nm 的平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(300.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 CRI-ACT 45(46.46g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-20(3.48g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-30(9.29g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

实施例 17(对比例)

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 FT 2430(224.85g)添加至装有滚转转子的 310ml Haake 混合机中。在 6 分钟之后，添加相容剂 1(5.44g)并使这些材料平衡 10 分钟，此时材料的温度为 195℃。然后添加原料 2(91.90g)并使之平衡 8 分钟。添加 TRIG 101(2.75g)，并在 5 分钟之后达到 80Nm 的平衡处理转矩。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(300.0g)添加至于 75℃的加热的 2-辊研磨机中。将 CRI-ACT 45(46.65g)滴加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-20(3.50g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。将 VC-30(9.33g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。

在 177℃对实施例 12-17 的试样压制固化 10 分钟，然后于 232℃后固化 24 小时。将得到的固化弹性体基组合物的物理性能概述于表 2 中。

表 2

实施例号	12	13	14	15	16	17
配方						
FKM	B-600	B-600	B-600	B-600	FT2430	FT2430
相容剂	GF	GF	TAIC	TAIC	相容剂 1	相容剂 1
TRIG 101	有	无	有	无	有	无
硅氧烷基料	原料 2	原料 2	原料 2	原料 2	原料 2	原料 2
TRIG 101	有	有	有	有	有	有
性能						
渗透率，mm.gm/day.m^2	1395	3510	1741	1967	3919	4130
肖氏 A 硬度	59	59	64	64	56	59
抗张强度，MPa	6.2	6.1	7.3	6.8	6.9	6.3
伸长率，%	354	375	256	245	275	235

实施例 18-20

当使用时，实施例 18-20 的材料用量如下：B600(210g)，原料 2(90g)，相容剂 1(9g)，和 TRIG 101(1.5g)。将这些材料添加至装有滚转转子的 60rpm(每分钟转数)的 310ml Haake 混合机中；该过程列于表 4 中。

在冷却后，将得到的弹性体基组合物(150.0g)添加至 2-辊研磨机中。将 N990(37.5 g)，DIAK-1(1.88 g)，和 MAGLITE D(22.5 g)添加至研磨机中，并对各组分混合直至均匀。在 177℃对实施例 6-18 的试样压制固化 20 分钟，然后于 175℃后固化 4 小时。将得到的固化弹性体基组合物的物理性能概述于表 3 中。

表 3

实施例号	18	19	20
添加顺序	加入到混合机中的材料		
首先加入到混合机中	B-600	B-600	B-600
再添加	原料 2	原料 2	相容剂 1
加热到 110℃，混合 15 分钟			
再添加	越过步骤	越过步骤	原料 2
加热到 110℃，混合 15 分钟	越过步骤	越过步骤	
再添加	TRIG 101	TRIG101/相容剂 1	TRIG 101
加热到 170℃，混合 30 分钟			
性能			
肖氏 A 硬度	72. 2	79. 1	78. 8
抗张强度，MPa	6. 4	5. 8	4. 8
伸长率，%	210	241	215
100%模量，MPa	3. 3	3. 6	3. 3
体积膨胀*，%	56. 1	53	50. 3
渗透率，mm. gm/day. m^2	1000	1080	650

*于 40℃，在标准燃料 C 中进行体积膨胀 48 小时；该方法按照 ASTM D471 进行。

实施例 21

于 180℃、50rpm(每分钟转数)，将 B-600(55.17g)添加至装有滚转转子的 69ml Haake 混合机中。在 3 分钟之后，添加相容剂 1(1.33g)并使这些材料平衡 4 分钟。在充分混合 4 分钟之后，添加 TRIG 101(0.33g)并使这些材料平衡 5 分钟。然后添加原料 2(23.16g)并使之平衡 3 分钟。滴加 TRIG 101(0.7g)并在 5-6 分钟之后达到平衡处理转矩。

在冷却后，使得到的弹性体基组合物与相对每 100 份 FKM(A)3 份 VC-20，3.8 份 VC-30，和 6 份氢氧化钙以及 3 份 MAGLITE D 在研磨机中配混，直至均匀。在 177℃对试样压制固化 10 分钟，然后于 232℃后固化 24 小时。得到的固化弹性体基组合物的物理性能为：肖氏 A 硬度 62，抗张强度 7.3MPa，伸长率 259%，以及渗透性为 1649mm. gm/day. m^2。