

發明專利說明書

102年4月9日修正頁(本)
對號

中文說明書替換頁(102年4月)

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：096114814

※ 申請日期：96.4.26

※IPC 分類：C08L 8/5
(2006.01)

公告本

一、發明名稱：(中文/英文)

可硬化聚矽氧樹脂組合物及其硬化體

f3/07 (2006.01)

C08K 5/53 (2006.01)

CURABLE SILICONE RESIN COMPOSITION AND CURED BODY
THEREOF

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

日本商道康寧東麗股份有限公司
DOW CORNING TORAY CO., LTD.

代表人：(中文/英文)

小林 愈
KOBAYASHI, MASARU

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都千代田區丸之內一丁目1番3號
1-3, MARUNOUCHI 1-CHOME, CHIYODA-KU, TOKYO, 100-0005,
JAPAN

國 籍：(中文/英文)

日本 JAPAN

三、發明人：(共 4 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 吉武 誠
YOSHITAKE, MAKOTO
2. 竹內 香須美
TAKEUCHI, KASUMI
3. 佐川 貴志
SAGAWA, TAKASHI
4. 中西 康二
NAKANISHI, KOJI

國 籍：(中文/英文)

1. 日本 JAPAN
2. 日本 JAPAN
3. 日本 JAPAN
4. 日本 JAPAN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本；2006年05月16日；特願2006-137074

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明係關於一種具有不小於 50°C 之熔點及在 150°C 下不小於 $5,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之熔融黏度的矽氫化可硬化聚矽氧樹脂組合物，其特徵為具有含磷之矽氫化反應延遲劑；其在室溫下為固體，當加熱時熔化，適於轉注成形及射出成形，且當硬化時能夠形成在紫外線及熱作用下具有高強度及極小變色之硬化體。

六、英文發明摘要：

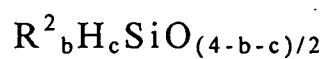
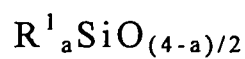
A hydrosilylation-curable silicone resin composition having a melting point of not less than 50°C and a melt-viscosity of not less than $5,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ at 150°C , which is characterized by having a phosphorous-containing hydrosilylation-reaction retardant; is solid at room temperature, melts with heating, suitable for transfer and injection molding, and, when cured, capable of forming a cured body of high strength and minimal color change under the effect of ultraviolet rays and heat.

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種藉由矽氫化反應硬化之可硬化聚矽氧樹脂組合物及上述組合物之硬化體。更明確地說，本發明係關於一種可硬化聚矽氧樹脂組合物，其在室溫下為固體，當加熱時熔化，適於轉注成形或射出成形，且當硬化時形成在UV輻射及熱效應下特徵為高強度及高抗變色性之硬化體。

【先前技術】

該項技術中已知一種可硬化聚矽氧樹脂組合物，其包含在一個分子中具有至少兩個不飽和脂族烴基之有機聚矽氧烷、在一個分子中具有至少兩個鍵結矽之氫原子之有機聚矽氧烷及矽氫化催化劑。在許多情況下，此組合物在室溫下呈液體或油灰樣狀態，使得此化合物不適於轉注成形或射出成形。因此，為製造適於轉注成形或射出成形之矽氫化可硬化聚矽氧樹脂組合物，在日本未審查專利申請公開案(以下稱為"Kokai") S50-80356及S51-34259中建議以一方式製備此組合物，該方式使得其在室溫下為固體且當加熱時熔化。

然而，儘管Kokai S50-80356及Kokai S51-34259中所揭示類型之可硬化聚矽氧樹脂組合物在室溫下為固體且在矽氫化催化劑作用下可加速其之硬化，但該組合物具有不良儲存穩定性。此外，因為必須用於製備此組合物之加熱引起硬化，所以所得組合物在轉注成形及射出成形期間具有

不良產物再現性。

已嘗試製備作為單組份組合物或添加改良組合物之儲存穩定性之矽氫化反應延遲劑的矽氫化可硬化聚矽氧樹脂組合物。然而，此等量測造成藉由硬化組合物獲得之硬化體變色或降低成形產物在UV輻射或熱效應下之抗變色性。因此，自該等可硬化聚矽氧樹脂組合物獲得之硬化體變得不適用於使(例如)作為發光二極體密封劑之光學材料成形。

本發明之一目標為提供一種可以單組份形式使用之可硬化聚矽氧樹脂組合物，該組份化合物在室溫下為固體，當加熱時熔化，適於轉注及射出成形，且當硬化時形成在UV輻射及熱效應下特徵為高強度及抗變色性之硬化體。另一目標為提供一種在UV輻射及熱效應下特徵為高強度及降低之變色之高透明度之上述組合物的硬化體。

【發明內容】

本發明係關於一種具有不小於 50°C 之熔點及在 150°C 下不小於 $5,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之熔融黏度的矽氫化可硬化聚矽氧樹脂組合物，其中該組合物之特徵為具有含磷之矽氫化反應延遲劑。

本發明亦係關於一種藉由硬化上述組合物而獲得之硬化體。

本發明之作用

可硬化聚矽氧樹脂組合物可以單組份形式使用，該化合物組份在加熱時熔化，適於轉注成形及射出成形，且當硬

化時形成在UV輻射及熱效應下特徵為高強度及抗變色性之硬化體。此外，組合物之硬化體具有高透明度且在UV輻射及熱效應下特徵為高強度及降低之變色。

【實施方式】

本發明之可硬化聚矽氧樹脂組合物具有不小於50℃之熔點及在150℃下不小於5,000 mPa·s之熔融黏度。因為此組合物在室溫下(25℃)為固體，當加熱至不小於50℃之溫度時軟化，且在150℃下具有不小於5,000 mPa·s之熔融黏度，所以該組合物適於轉注成形及射出成形。

本發明之組合物係藉由矽氫化反應硬化且特徵為具有含磷之矽氫化反應延遲劑。上述延遲劑為在矽氫化反應期間用於調節組合物硬化之組份。矽氫化反應延遲劑由以下化合物例示：二苯基膦、三苯基膦、二甲基苯基膦、二乙基苯基膦、三丙基膦、二環己基苯基膦、雙(二苯基膦基)甲烷、1,2-雙(二苯基膦基)乙烷、1,2-雙(二苯基膦基)丙烷、1,3-雙(二苯基膦基)丙烷、1,4-雙(二苯基膦基)丁烷、2,3-雙(二苯基膦基)丁烷、1,5-雙(二苯基膦基)戊烷、1,6-雙(二苯基膦基)己烷、雙(2-二苯基膦基乙基)苯基膦雙(二苯基膦基)乙炔、1,1-雙(二苯基膦基)乙烯、1,2-雙(二苯基膦基)乙烯、1,1-雙(二苯基膦基)二茂鐵、1,3-雙(二環己基膦基)丙烷、1,2-雙(二甲基膦基)乙烷、1,2-雙(二甲基膦基)苯或1,2-雙(二苯基膦)苯或類似膦型化合物；氧化二苯基膦、氧化三苯基膦、氧化二甲基苯基膦、氧化二乙基苯基膦、氧化三丙基膦、氧化三丁基膦或類似氧化膦型化合物；磷

酸三苯酯、磷酸三甲酯、磷酸三乙酯、磷酸三丙酯、磷酸三丁酯、磷酸二苯基甲酯或類似磷酸型化合物；甲基膦酸二甲酯、甲基膦酸二乙酯、甲基膦酸二丙酯或類似膦酸型化合物；亞磷酸三苯酯、亞磷酸三甲酯、亞磷酸三乙酯、亞磷酸三丙酯、亞磷酸三丁酯、亞磷酸二苯酯、亞磷酸二甲酯、亞磷酸二乙酯、亞磷酸二丙酯、亞磷酸二丁酯或類似亞磷酸型化合物；苯基亞膦酸二甲酯、苯基亞膦酸二乙酯、苯基亞膦酸二丙酯或類似亞膦酸型化合物。最佳為膦型化合物，尤其雙-(二苯基膦基)甲烷、1,2-雙-(二苯基膦基)乙烷或1,2-雙-(二苯基膦基)丙烷。

不存在對於可用於本發明之組合物中之上述延遲劑之量的特定限制。然而，建議添加以一莫耳在本發明之組合物中含有的金屬型矽氫化催化劑中之金屬原子，0.01至1000莫耳、較佳0.1至500莫耳之量的延遲劑。若添加低於推薦下限之量的延遲劑，則可能難以製備呈單組份形式之組合物且亦將損害轉注成形或射出成形。另一方面，若添加超過推薦上限之量的延遲劑，則將難以硬化。

本發明之可硬化聚矽氧樹脂組合物包含至少以下組份：

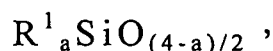
有機聚矽氧烷(A)，其在一個分子中具有至少兩個不飽和脂族烴基；

有機聚矽氧烷(B)，其在一個分子中具有至少兩個鍵結矽之氫原子{使用此組份之量係使得0.1至10莫耳鍵結矽之氫原子對應於1莫耳在組份(A)中含有之不飽和脂族烴基}；

金屬型矽氫化反應催化劑(C)(其為能夠加速組合物硬化之量)；及

含磷矽氫化延遲劑(D){其為以1莫耳在組份(C)中含有之金屬原子計，0.01至1,000莫耳之量}。

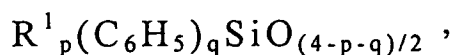
構成組份(A)之有機聚矽氧烷在一個分子中含有至少兩個不飽和脂族烴基。不存在對於此化合物分子結構之特定限制，該化合物可具有線性、部分分枝之線性或分枝分子結構。分枝分子結構為較佳。不飽和脂族烴基由以下基團表示：乙烯基、烯丙基、丙烯基、異丙烯基、丁烯基、辛烯基或類似烯基；環己烯基、環庚烯基或類似環烯基。此等基團中最佳為烯基，尤其為乙烯基、烯丙基及己烯基。組份(A)由以下平均結構式表示：



其中 R^1 為視情況經取代之單價烴基、烷氧基或羥基。由 R^1 表示之單價烴基可由以下基團例示：甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基或類似烷基；乙烯基、烯丙基、丙烯基、異丙烯基、丁烯基、己烯基、辛烯基或類似烯基；環己烯基、環庚烯基或類似環烯基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基或類似芳基；苯甲基、苯乙基、苯丙基或類似芳烷基；3-氯丙基、2-溴乙基、3,3,3-三氯丙基或類似經鹵素取代之烷基。然而，在一個分子中含有之至少兩個由 R^1 表示之基團應為具有不飽和脂鍵之單價烴基，諸如烯基、環烯基或類似基團。最佳為上述烯基。在上式

中，"a"為滿足以下條件之數： $1 \leq a < 2$ 。

在表示組份(A)之上述有機聚矽氧烷中，引入苯基以提供自本發明之組合物獲得之硬化體的高折射率。建議組份(A)由以下平均結構式表示：



其中 R^1 係與上述定義相同，且"p"及"q"為滿足以下條件之數： $1 \leq (p+q) < 2$ ，較佳 $1 \leq (p+q) \leq 1.8$ ，且甚至更佳應滿足以下條件： $1 \leq (p+q) \leq 1.5$ 及 $0.20 \leq q/(p+q) \leq 0.95$ ，較佳 $0.30 \leq q/(p+q) \leq 0.80$ ，甚至更佳 $0.45 \leq q/(p+q) \leq 0.70$ 。

組份(A)可藉由多種方法製備。根據一方法，組份(A)可藉由使苯基三氯矽烷及例如以下各物之含有烯基之氯矽烷經受共水解作用及縮合作用而製備：乙烯基三氯矽烷、甲基乙烯基二氯矽烷、二甲基乙烯基氯矽烷、烯丙基甲基二氯矽烷、丁烯基甲基二氯矽烷、甲基戊基二氯矽烷、己烯基三氯矽烷、己烯基甲基二氯矽烷、己烯基二甲基氯矽烷、庚烯基甲基二氯矽烷、甲基辛烯基二氯矽烷、甲基壬烯基二氯矽烷、癸烯基甲基二氯矽烷、甲基十一烯基二氯矽烷或十二烯基甲基二氯矽烷，必要時，存在四氯矽烷、甲基三氯矽烷、二甲基二氯矽烷或三甲基氯矽烷。根據另一方法，組份(A)可藉由使苯基三甲氧基矽烷及例如以下各物之含有烯基之烷氧基矽烷經受共水解作用及縮合作用而製備：乙烯基三甲氧基矽烷、甲基乙烯基二甲氧基矽烷、二甲基乙烯基甲氧基矽烷、烯丙基甲基二甲氧基矽烷、丁烯基甲基二甲氧基矽烷、甲基戊烯基二甲氧基矽

烷、己烯基三甲氧基矽烷、己烯基甲基二甲氧基矽烷、己烯基二甲基甲氧基矽烷、庚烯基甲基二甲氧基矽烷、甲基辛烯基二甲氧基矽烷、甲基壬烯基二甲氧基矽烷、癸烯基甲基二甲氧基矽烷、甲基十一烯基二甲氧基矽烷、十二烯基甲基二甲氧基矽烷，必要時，存在四甲氧基矽烷、甲基三甲氧基矽烷、二甲基二甲氧基矽烷或三甲基甲氧基矽烷。另一方法由使由以上描述之方法獲得之聚矽氧樹脂中含有的矽烷醇基在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受縮合作用組成。以下方法亦有可能：使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元及甲基乙烯基矽氧烷之在分子兩個末端處用三甲基矽烷氧基封端之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用；使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元及環狀甲基乙烯基矽氧烷之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用；使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元、環狀甲基乙烯基矽氧烷及環狀二甲基矽氧烷之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用；使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元及甲基己烯基矽氧烷之在分子兩個末端處用矽烷醇基封端之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用；使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元及環狀己烯基甲基矽氧烷之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用；或使包括 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 單元、環狀己烯基甲基矽氧烷及環狀甲基乙烯基矽氧烷之聚矽氧樹脂在酸性或鹼性聚合催化劑存在下經受平衡聚合作用。

構成組份(B)之有機聚矽氧烷在一個分子中含有至少兩

個鍵結矽之氫原子且作為交聯劑用於本發明之組合物中。不存在對於組份(B)之分子結構之特定限制且此化合物可具有線性、部分分枝之線性或分枝分子結構，其中分枝分子結構為較佳。組份(B)由以下平均結構式表示：



其中 R^2 為無不飽和脂鍵之視情況經取代的單價烴基。此基團由以下基團表示：甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基或類似烷基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基或類似芳基；苯甲基、苯乙基、苯丙基或類似芳烷基；3-氯丙基、2-溴乙基、3,3,3-三氯丙基或類似經鹵素取代之烷基。在上式中，"b"及"c"為應滿足以下條件之數： $0.7 \leq b \leq 2.1$ ； $0.001 \leq c \leq 1.0$ ；及 $0.8 \leq (b+c) \leq 2.6$ 。最佳為以下條件： $0.8 \leq b \leq 2$ ； $0.01 \leq c \leq 1$ ；及 $1 \leq (b+c) \leq 2.4$ 。

上述組份(B)由以下各物例示：1,1,3,3-四甲基二矽氧烷，1,3,5,7-四甲基環四矽氧烷，在分子兩個末端處用三甲基矽烷氧基封端之甲基氫聚矽氧烷，在分子兩個末端處用三甲基矽烷氧基封端之甲基氫矽氧烷與二甲基矽氧烷之共聚物，在分子兩個末端處用二甲基氫矽烷氧基封端之二甲基聚矽氧烷，在分子兩個末端處用二甲基氫矽烷氧基封端之甲基氫矽氧烷與二甲基矽氧烷之共聚物，在分子兩個末端處用三甲基矽烷氧基封端之二苯基矽氧烷與甲基氫矽氧烷之共聚物，在分子兩個末端處用三甲基矽烷氧基封端之二甲基矽氧烷、二苯基矽氧烷與甲基氫矽氧烷之共聚

物，包括 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $\text{SiO}_{4/2}$ 單元之共聚物，或包括 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元、 $\text{SiO}_{4/2}$ 單元及 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2}$ 單元之共聚物。

不存在對於可用於本發明之組合物中之組份(B)之量的特定限制，但建議添加之此組份的量係使得組份(B)之鍵結矽之氫原子的含量以一莫耳組份(A)之不飽和脂族烴基計，在0.1莫耳至10莫耳、較佳0.5莫耳至5莫耳範圍內。若組份(B)之鍵結矽之氫原子與組份(A)之不飽和脂族烴基的莫耳比低於推薦之下限，則所得組合物可能不完全硬化；另一方面，若該比率超過推薦之上限，此將在硬化體中產生空隙或將降低其機械強度。

構成組份(C)之金屬型矽氫化催化劑係用於加速組合物之矽氫化反應。不存在對於由以下各物例示之組份(C)之特定限制：鉑型催化劑、銨型催化劑或鈀型催化劑，其中鉑型催化劑為較佳。鉑型催化劑由經醇改質之氯鉑酸、鉑-烯烴錯合物、鉑-烯基矽氧烷錯合物或鉑-羰基錯合物例示。上述金屬型催化劑可以溶解或分散於熱塑性樹脂中之精細微粒形式製備或可製備為由在熱塑性樹脂外殼中之鉑型催化劑核組成之微囊封精細微粒。熱塑性樹脂由聚矽氧樹脂、聚矽烷樹脂、丙烯酸酯類樹脂(acryl resin)、甲基纖維素或聚碳酸酯樹脂。建議熱塑性樹脂具有在 40°C 至 200°C 範圍內之軟化點或玻璃轉移點。

不存在對於可添加至組合物中之組份(C)之量的特定限制，其限制條件為加速組合物之硬化。舉例而言，當鉑型

催化劑用作組份(C)時，在組合物中可含有以質量單位計，0.1 ppm至2000 ppm，較佳1 ppm至1000 ppm金屬鉑之量的鉑型催化劑。若組份(C)之含量低於推薦之下限，將難以提供充分硬化；另一方面，若含有超過推薦上限之量的組份(C)，將不顯著改良硬化。

含磷矽氫化延遲劑係用於(D)藉由矽氫化反應控制組合物之硬化。其由以上給出之相同化合物例示。不存在對於可添加至組合物中之此組份之量的特定限制，但建議添加以一莫耳組份(C)之金屬原子計，在0.01莫耳至1000莫耳、較佳0.1莫耳至500莫耳範圍內之量的組份(D)。若添加之量低於推薦之下限，則以單組份形式，矽氫化反應將增加組合物之黏度且將使得其不適用於轉注成形或射出成形。另一方面，若添加之量超過推薦之上限，則將難以硬化。

在與本發明之目標不矛盾之範圍內，上述組份(D)可與諸如以下各物之其他矽氫化反應延遲劑組合：2-甲基-3-丁炔-2-醇、3,5-二甲基-1-己炔-3-醇、2-苯基-3-丁炔-2-醇或類似炔煙醇；3-甲基-3-戊烯-1-炔、3,5-二甲基-3-己烯-1-炔或類似烯炔化合物；1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基環四矽氧烷、1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四己烯基環四矽氧烷或苯并三唑。不存在對於可添加至組合物中之延遲劑之量的特定限制；然而，通常可添加相對於含有鉑型催化劑之可硬化聚矽氧樹脂組合物而言極少量之延遲劑。更明確地說，可添加以百質量份之組份(A)計，0.0001至10質量份、較佳0.001至5質量份之量的延遲劑。

若與本發明之目標不相矛盾，則組合物可包括無機填充劑、黏著賦予劑或其類似物。無機填充劑由以下各物例示：煙霧狀二氧化矽、沉澱二氧化矽、二氧化鈦、碳黑、氧化鋁、石英粉末或類似無機填充劑，以及經受疏水表面處理之與有機烷氧基矽烷、有機氯矽烷、有機矽氮烷或與類似有機聚矽氧化合物相同之填充劑。黏著賦予劑由以下各物例示：3-甲基丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷、3-丙烯醯氧基丙基三甲氧基矽烷或類似含有丙烯醯氧基之有機烷氧基矽烷；3-胺基丙基三甲氧基矽烷、N-(2-胺基乙基)-3-胺基丙基三甲氧基矽烷或類似含有胺基之有機烷氧基矽烷；3-縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷或類似含有環氧基之有機烷氧基矽烷或其他矽烷偶合劑；用矽烷醇基封端之3-縮水甘油氧基丙基三烷氧基矽烷及二甲基聚矽氧烷之縮合作用產物、用矽烷醇基封端之3-縮水甘油氧基丙基三烷氧基矽烷及甲基乙烯基聚矽氧烷之縮合作用產物或3-縮水甘油氧基丙基三烷氧基矽烷及用矽烷醇基封端之甲基乙烯基矽氧烷與二甲基矽氧烷之共聚物的縮合作用產物。

不存在對於可用以製備本發明之組合物之方法的特定限制。舉例而言，將組份(C)與組份(D)混合，隨後將組份(A)及組份(B)溶解於有機溶劑中且混合，藉由蒸餾移除溶劑，且將在室溫下為固體之所得混合物壓碎。根據另一方法，將組份(C)與組份(D)預混合，且隨後將組份(A)及組份(B)熔融且混合。本發明之組合物可藉由與用以製備呈液體或糊狀物形式之習知可硬化聚矽氧樹脂組合物之方法不

同的方法製備。

當本發明之可硬化聚矽氧樹脂組合物硬化時，其形成在紫外線及熱效應下具高強度及優良透明度、極小變色之硬化體。因此，此組合物適用作製造透鏡或其他光學部件之可塑樹脂及在光學領域中作為密封劑及保護劑用於諸如發光二極體之部件等。

現將更詳細地描述本發明之硬化體。藉由使以上描述之聚矽氧樹脂組合物硬化而獲得硬化體。由於在紫外線及熱效應下存在極小變色，因此硬化體可用作適於光學應用之材料，例如作為發光二極體之保護劑或密封劑或作為製造透鏡、光導之光學材料等。

實例

將參考應用實例及比較實例更詳細地進一步描述本發明之可硬化聚矽氧樹脂組合物及該組合物之硬化體。在隨後之實例中，可硬化聚矽氧樹脂組合物之軟化點、該組合物在150°C下之熔融黏度及該組合物之硬化體之機械強度係藉由以下所描述之方法量測。

[軟化點之量測]

軟化點係藉由軟化點量測器具量測為自一部分粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物開始液化至整個組合物完全液化所量測之平均溫度。

[量測在150°C下之熔融黏度]

可硬化聚矽氧樹脂組合物在150°C下之黏度係使用具有25 mm直徑之刀片的RDA-II黏度計(Rheometrics Company)

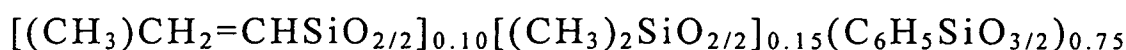
量測。

[硬化體之機械強度]

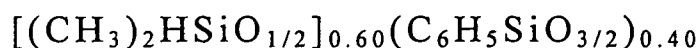
在170℃下，使可硬化聚矽氧樹脂組合物經受轉注成形10分鐘，且隨後在第二過程中，藉由在170℃下將產加熱物2小時形成棒狀硬化體。所得棒狀物係用作根據JIS K 7171-1994(Method of Testing Flexural Characteristics of Plastics)測試撓曲強度及撓曲彈性模數之樣品。

[應用實例1]

將86.2質量份由以下平均單元式表示之有機聚矽氧烷：



及13.8質量份由以下平均單元式表示之有機聚矽氧烷的量：



溶解於100質量份之甲苯中。混合溶液由以下組份製備：使得鉑原子之含量等於以上述有機聚矽氧烷之總質量計5 ppm之鉑(0)之二乙烯基四甲基二矽氧烷錯合物的二乙烯基四甲基二矽氧烷溶液；及含有鉑原子量之1.5倍量之作為矽氫化反應延遲劑的1,3-雙(二苯基膦)丙烷之二乙烯基四甲基二矽氧烷溶液。將此混合溶液添加至先前提及之有機聚矽氧烷之甲苯溶液中且攪拌混合物。藉由於一蒸發器中蒸餾而移除甲苯及二乙烯基四甲基二矽氧烷，藉此獲得粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物。所得可硬化聚矽氧樹脂組合物具有85℃之軟化點且在150℃下具有等於20,000 mPa·s之熔融黏度。

此後，壓縮所得粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物以形成丸粒，且在 170°C 下使丸粒經受轉注成形10分鐘且在 170°C 下經受第二次加熱，歷時2小時。因此，產生透明硬化體。該硬化透明體具有等於42 MPa之撓曲強度及等於1.3 GPa之撓曲彈性模數。

此外，將藉由壓縮粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物所形成之丸粒於一烘箱中在 50°C 下保持3天，在 170°C 下經受轉注成形10分鐘，且隨後在 170°C 下經受隨後之第二次加熱，歷時2小時。測試展示有可能獲得具有與在一烘箱中處理前之組合物之硬化體相同的透明度、撓曲強度及撓曲彈性模數之硬化體。

[比較實例1]

粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物係以與應用實例1中所描述相同之方式製備，例外為矽氫化延遲劑包含以組合物之總重量計，以1,000 ppm之量使用之甲基參-(1,1-二甲基-2-丙烯基氧基)矽烷。然而，一部分組合物轉變成凝膠且因此不適於隨後之轉注成形。

[比較實例2]

粉末狀可硬化聚矽氧樹脂組合物係以與應用實例1中所描述相同之方式製備，例外為矽氫化延遲劑包含以總重量之組合物計，以3,500 ppm之量使用之甲基參-(1,1-二甲基-2-丙烯基氧基)矽烷。所得可硬化聚矽氧樹脂組合物具有 85°C 之熔點且在 150°C 下具有等於20,000 mPa·s之熔融黏度。

將所得可硬化聚矽氧樹脂組合物壓縮成丸粒且在 170°C 下經受轉注成形10分鐘，藉此以此方法產生之硬化體獲得輕微黃色色澤。因此，由於硬化體已不適於光學應用，所以不需要測試其之機械強度。將所得粉末狀聚矽氧樹脂組合物壓縮成丸粒，在 170°C 下轉注成形10分鐘。成形體亦具有淺黃色色澤。

工業適用性

本發明之可硬化聚矽氧樹脂組合物可以單組份形式產生，可藉由加熱熔化，適於轉注成形或射出成形，且當硬化時產生在紫外線及熱效應下具高強度、優良透明度及抗變色性之硬化體。因此，此組合物適用作製造諸如透鏡或其類似物之光學部件之可塑樹脂且用作諸如發光二極體或其類似物之保護及密封光學元件之光學材料。此外，本發明之光學材料可用作透鏡及光學部件之密封元件。

十、申請專利範圍：

102年4月9日	修正頁(※)
----------	--------

1. 一種矽氫化可硬化聚矽氧樹脂組合物，其具有不小於 50°C 之熔點及在 150°C 下不小於 5,000 mPa·s 之熔融黏度，其中該組合物之特徵為具有含磷之矽氫化反應延遲劑。
2. 如請求項 1 之組合物，其中該上述含磷之矽氫化反應延遲劑為選自以下各物之至少一種類型之化合物：磷型化合物、磷酸型化合物、麟酸型化合物、氧化磷型化合物、亞磷酸型化合物或亞麟酸型化合物。
3. 如請求項 2 之組合物，其中該上述磷型化合物為選自以下各物之至少一種類型之化合物：二苯基磷、三苯基磷、二甲基苯基磷、二乙基苯基磷、三丙基磷、二環己基苯基磷、雙(二苯基磷基)甲烷、1,2-雙(二苯基磷基)乙烷、1,2-雙(二苯基磷基)丙烷、1,3-雙(二苯基磷基)丙烷、1,4-雙(二苯基磷基)丁烷、2,3-雙(二苯基磷基)丁烷、1,5-雙(二苯基磷基)戊烷、1,6-雙(二苯基磷基)己烷、雙(2-二苯基磷基乙基)苯基磷雙(二苯基磷基)乙炔、1,1-雙(二苯基磷基)乙烯、1,2-雙(二苯基磷基)乙烯、1,1-雙(二苯基磷基)二茂鐵、1,3-雙(二環己基磷基)丙烷、1,2-雙(二甲基磷基)乙烷、1,2-雙(二甲基磷基)苯或 1,2-雙(二苯基磷)苯。
4. 如請求項 1 之組合物，其中該上述可硬化聚矽氧樹脂組合物包含至少以下組份：

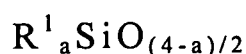
有機聚矽氧烷(A)，其在一個分子中具有至少兩個不飽和脂族烴基；

有機聚矽氧烷(B)，其在一個分子中具有至少兩個鍵結矽之氫原子，使用此組份之量係使得0.1莫耳至10莫耳鍵結矽之氫原子對應於1莫耳在組份(A)中含有之不飽和脂族烴基；

金屬型矽氫化反應催化劑(C)，其為能夠加速該組合物之硬化之量；及

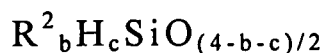
含磷矽氫化延遲劑(D)，其為以1莫耳在組份(C)中含有之金屬原子計，0.01莫耳至1,000莫耳之量。

5. 如請求項4之組合物，其中上述組份(A)包含以下平均式之有機聚矽氧烷：



其中 R^1 為視情況經取代之單價烴基、烷氧基或羥基；然而，在一個分子中，至少兩個由 R^1 表示之基團應包含具有不飽和脂鍵之單價烴基；"a"為滿足以下條件之數： $1 \leq a < 2$ 。

6. 如請求項4之組合物，其中上述組份(B)為以下平均結構式表示之有機聚矽氧烷：



其中 R^2 為不含有不飽和脂鍵之視情況經取代之烴基且其中"b"及"c"為滿足以下條件之數： $0.7 \leq b \leq 2.1$ ； $0.001 \leq c \leq 1.0$ ；及 $0.8 \leq (b+c) \leq 2.6$ 。

7. 如請求項4之組合物，其中上述組份(C)為鉑型矽氫化反應催化劑。
8. 如請求項4之組合物，其中上述組份(D)為選自以下各物

之至少一種類型之化合物：膦型化合物、磷酸型化合物、膦酸型化合物、氧化膦型化合物、亞磷酸型化合物或亞膦酸型化合物。

9. 如請求項8之組合物，其中上述膦型化合物(D)為選自以下各物之至少一種類型之化合物：二苯基膦、三苯基膦、二甲基苯基膦、二乙基苯基膦、三丙基膦、二環己基苯基膦、雙(二苯基膦基)甲烷、1,2-雙(二苯基膦基)乙烷、1,2-雙(二苯基膦基)丙烷、1,3-雙(二苯基膦基)丙烷、1,4-雙(二苯基膦基)丁烷、2,3-雙(二苯基膦基)丁烷、1,5-雙(二苯基膦基)戊烷、1,6-雙(二苯基膦基)己烷、雙(2-二苯基膦基乙基)苯基膦、雙(二苯基膦基)乙炔、1,1-雙(二苯基膦基)乙烯、1,2-雙(二苯基膦基)乙烯、1,1-雙(二苯基膦基)二茂鐵、1,3-雙(二環己基膦基)丙烷、1,2-雙(二甲基膦基)乙烷、1,2-雙(二甲基膦基)苯或1,2-雙(二苯基膦)苯。
10. 一種硬化體，其藉由使如請求項1至9中任一項之組合物硬化而獲得。