(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 696 30 082 T2** 2004.06.09

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 750 017 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **696 30 082.6**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **96 304 539.8**
(96) Europäischer Anmeldetag: **18.06.1996**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **27.12.1996**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **24.09.2003**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **09.06.2004**

(51) Int Cl.[7]: **C08L 83/04**
C08K 5/14

(30) Unionspriorität:
17819695 21.06.1995 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, IT

(73) Patentinhaber:
Dow Corning Toray Silicone Co. Ltd., Ichihara, Chiba, JP

(72) Erfinder:
Nakamura, Akito, Ichihara-shi, Ciba Prefecture, JP; Ushio, Yoshito, Ichihara-shi, Ciba Prefecture, JP

(74) Vertreter:
Sternagel, Fleischer, Godemeyer & Partner, Patentanwälte, 51429 Bergisch Gladbach

(54) Bezeichnung: **Siliconkautschukzusammensetzung**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Diese Erfindung bezieht sich auf mit Organoperoxid härtende Siliconkautschukzusammensetzungen, deren Durometer frei, ohne eine damit verbundene Herabsetzung der mechanischen Eigenschaften des Siliconkautschuks, reduziert wird.

[0002] Mit Organoperoxid härtende Siliconkautschukzusammensetzungen härten rasch, wenn sie erhitzt werden, um kältebeständigen und wärmebeständigen Siliconkautschuk zu liefern. Eine allgemeine eingesetzte Vorgehensweise besteht in der Zumischung von SiH-haltigem Organopolysiloxan in diese Siliconkautschukzusammensetzungen, um Verfärbung während der Härtung zu verhindern (JP-As 53-40050 und 4-300962), um Reißfestigkeit zu verbessern (JP-A 56-41252), um Ermüdungsbeständigkeit zu verbessern (JP-A-62-197454) und um Oberflächenklebrigkeit zu verringern (JP-As 63-130663 und 2-124977). Um jedoch diese Eigenschaften zu verbessern, wird typischerweise ein Organowasserstoffpolysiloxan oder ein Organowasserstoffcyclosiloxan, das mindestens 3 SiH-Gruppen pro Molekül enthält, verwendet. Diese Gruppe bewirkt, dass solche Eigenschaften des Siliconkautschuks, wie etwa Durometer und Zugfestigkeit, ihren Wert erhöhen. Gleichzeitig muss für Siliconkautschukzusammensetzungen, die Verpackungen, Dichtungen, Rohrmaterial und Fixier- und Druckwalzen in Kopierern oder Druckern bilden, der Durometer dieser Siliconkautschuke streng kontrolliert werden. Der Durometer kann nach unten eingestellt werden, indem zum Beispiel ein nichtvernetzendes Siliconöl in den Vorläufer des Siliconkautschukzusammensetzung eingemischt wird. Ein anderes Verfahren besteht aus der Herstellung von Siliconkautschuk mit dem gewünschten Durometer, indem zwei unterschiedliche Vorläuferzusammensetzungen – eine, die Siliconkautschuk mit einem Durometer unter dem gewünschten Wert, und eine, die Siliconkautschuk mit einem Durometer über dem gewünschten Wert bildet, in frei gewählten Anteilen gemischt werden.

[0003] Das erstere Verfahren erfordert, dass große Mengen an nichtvernetzendem Siliconöl zugemischt werden, um eine Verringerung des Durometers des Siliconkautschuks zu erreichen. Dies erzeugt Probleme, wie etwa Verringerung der mechanischen Festigkeit und Austreten des Siliconöls in dem resultierenden Siliconkautschuk. Das Vorhandensein dieser Probleme hat bewirkt, dass das letztere Verfahren das Verfahren der allgemeinen Verwendung ist. Ungeachtet dessen erfordert das letztere Verfahren die vorhergehende Herstellung von mindestens zwei unterschiedlichen Vorläufern für Siliconkautschukzusammensetzungen und erfordert auch die Fähigkeit, einen Siliconkautschuk mit der dem gewünschten Durometer ohne Beeinträchtigung irgendwelcher mechanischen Eigenschaften herzustellen.

[0004] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Siliconkautschukzusammensetzung bereitzustellen, die Siliconkautschuk hervorbringt, dessen Durometer wie gewünscht frei reduziert wird, ohne eine damit verbundene Herabsetzung der mechanischen Eigenschaften des Siliconkautschuks. Verringerung im Durometer wird erreicht, indem die Konzentration eines Organosiloxans mit Wasserstoffsubstitution an endständigen Siliciumatomen gesteuert wird.

[0005] Diese Erfindung bezieht sich auf eine Siliconkautschukzusammensetzung, enthaltend

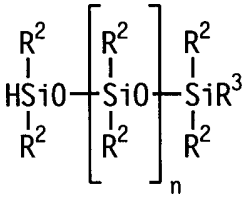
(A) 100 Gewichtsteile eines Organopolysiloxans mit der mittleren Einheitsformel

$R^1{}_aSiO_{(4-a)/2}$,

worin R^1 substituierte und unsubstituierte monovalente Kohlenwasserstoffgruppen darstellt und a von 1,8 bis 2,3 reicht

(B) 0 bis 600 Gewichtsteile eines anorganischen Füllstoffs

(C) 0,1 bis 50 Gewichtsteile eines Organosiloxans mit der allgemeinen Formel



in welcher R^2 Alkylgruppen darstellt, R^3 ausgewählt ist aus einer Gruppe bestehend aus einem Wasserstoffatom, einer Hydroxylgruppe und einer Alkylgruppe und n eine ganze Zahl von 0 bis 100 ist, und

(D) 0,1 bis 10 Gewichtsteile eines Organoperoxids.

[0006] Das Organopolysiloxan (A), das die Haupt- oder Grundkomponente unserer beanspruchten Zusammensetzung ist, wird durch die mittlere Einheitsformel $R^1{}_aSiO_{(4-a)/2}$ definiert. R^1 stellt substituierte und unsubstituierte monovalente Kohlenwasserstoffgruppen dar und wird beispielhaft durch Alkylgruppen, wie etwa Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl und Hexyl; Alkenylgruppen, wie etwa Vinyl, Allyl, Butenyl, Pentenyl und Hexenyl; Arylgruppen, wie etwa Phenyl, Tolyl, Xylyl und Naphthyl; Cycloalkylgruppen, wie etwa Cyclopentyl und Cyclohexyl;

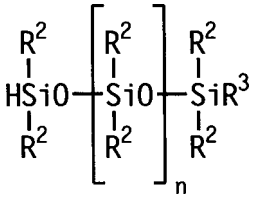
Aralklygruppen, wie etwa Benzyl und Phenethyl, und Halogenalkylgruppen, wie etwa 3-Chlorpropyl und 3,3,3-Trifluorpropyl, veranschaulicht. Methyl, Vinyl, Phenyl und 3,3,3-Trifluorpropyl sind besonders bevorzugt. Mindestens 1 R^1 ist vorzugsweise Vinyl, da dies einen niedrigeren Druckverformungsrest für den letztendlich erhaltenen Siliconkautschuk gewährt. Der tiefgestellte Index a in der vorstehenden Formel ist eine Zahl im Bereich von 1,8 bis 2,3. Die Molekularstruktur von Komponente (A) wird durch geradkettige, partiell verzweigt geradkettige und verzweigtkettige Strukturen veranschaulicht, wobei geradkettige Strukturen bevorzugt sind. Komponente (A) ist ein Polymer, das im Wesentlichen aus der $R^1{}_2SiO_{2/2}$-Einheit besteht, das als zusätzliche Siloxaneinheiten auch kleine Mengen der $R^1{}_3SiO_{1/2}$-Einheit und/oder der $R^1{}_a(HO)SiO_{1/2}$-Einheit enthalten kann und in Abhängigkeit von den speziellen Umständen kleine Mengen der $R^1SiO_{3/2}$-Einheit und/oder der $SiO_{4/2}$-Einheit enthalten kann. Die betreffende Komponente (A) kann entweder ein Polymer, das aus den beschriebenen Siloxaneinheiten aufgebaut ist, oder eine Mischung aus zwei oder mehr unterschiedlichen Polymeren dieser Art sein. Von einem praktischen Standpunkt aus gesehen hat Komponente (A) vorzugsweise einen Polymerisationsgrad von mindestens 1.000.

[0007] Die in Betracht stehende Komponente (A) wird durch die Folgenden veranschaulicht: trimethylsiloxyendblockierte Dimethylpolysiloxane, trimethylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Copolymere, trimethylsiloxyendblockierte Methylphenylpolysiloxane, trimethylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere, trimethylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methyl(3,3,3-trifluorpropyl)siloxan-Copolymere, trimethylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere, dimethylvinylsiloxyendblockierte Dimethylpolysiloxane, dimethylvinylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Copolymere, dimethylvinylsiloxyendblockierte Methylphenylpolysiloxane, dimethylvinylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere, dimethylvinylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methyl(3,3,3-trifluorpropyl)siloxan-Copolymere, dimethylvinylsiloxyendblockierte Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere, silanolendblockierte Dimethylpolysiloxane, silanolendblockierte Dimethylsiloxane-Methylvinylsiloxan-Copolymere, silanolendblockierte Methylphenylpolysiloxane, silanolendblockierte Dimethylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere, silanolendblockierte Dimethylsiloxan-Methyl(3,3,3-trifluorpropyl)siloxan-Copolymere und silanolendblockierte Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Methylphenylsiloxan-Copolymere.

[0008] Der anorganische Füllstoff (B) ist eine optionale Komponente, die für den Zweck zugegeben werden kann, um unser gehärtetes Silicon mit einer annehmbaren mechanischen Festigkeit, Wärmebeständigkeit, Wetterbeständigkeit, chemischen Beständigkeit, Flammverzögerungsvermögen und thermischen Leitfähigkeit zu versehen. Komponente (B) wird durch pyrogene Kieselsäure, nasstechnisch hergestellte Kieselsäure, pyrogenes Titanoxid, calciniertes Siliciumdioxid, Quarzglas, Quarz, Titanoxid, Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Zinkoxid, Ceroxid, Eisenoxid Aluminiumhydroxid, Zinkcarbonat, Magnesiumcarbonat, Calciumcarbonat, Diatomeenerde, Calciumsilicat, Magnesiumsilicat, Aluminiumsilicat, Glimmer, Talk, Ton, Bentonit, Siliciumnitrid, Aluminiumnitrid, Bornitrid, Siliciumcarbid, gemahlenes Glas, Glasfaser, Ruß, Graphit, Silberpulver, Nickelpulver und die anorganischen Füllstoffe veranschaulicht, die durch Hydrophobierung der Oberfläche der Vorstehenden mit einer Organosiliciumverbindung, wie etwa einem Organoalkoxysilan, Organochlorsilan, Organosilazan, Organopolysiloxan und Organocyclosiloxan, erlangt werden. Komponente (B) kann aus einem einzigen anorganischen Füllstoff oder einer Mischung aus zwei oder mehr unterschiedlichen anorganischen Füllstoffen, die oben erwähnt sind, bestehen.

[0009] Komponente (B) wird zu nicht mehr als 600 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) zugegeben und wird vorzugsweise zu 5 bis 500 Gewichtsteilen der Komponente (A) zugegeben. Die Verwendung von mehr als 600 Gewichtsteilen Komponente (B) pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) liefert eine Siliconkautschukzusammensetzung mit einer sehr schlechten Extrudierbarkeit und Verarbeitbarkeit.

[0010] Das Organosiloxan (C) ist die Komponente, die die Fähigkeit einführt, den Durometer des Siliconkautschuks wie gewünscht herabzusetzen, ohne gleichzeitig die mechanischen Eigenschaften des Kautschuks zu erniedrigen. Diese Komponente wird durch die folgende allgemeine Formel definiert.



[0011] R^2 stellt Alkylgruppen, z. B. Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl und Hexyl dar, wobei Methyl besonders bevorzugt ist. R^3 ist das Wasserstoffatom, eine Hydroxylgruppe oder eine Alkylgruppe, wobei die Alkylgruppen, die von R^3 umfasst sind, durch die oben aufgelisteten Alkylgruppen veranschaulicht werden. Das Wasserstoffatom ist für R^3 besonders bevorzugt. Der tiefgestellte Index n ist eine Zahl von 0 bis 100 und ist vorzugsweise eine Zahl von 1 bis 20.

[0012] Komponente (C) wird zu 0,1 bis 50 Gewichtsteilen und vorzugsweise zu 0,1 bis 20 Gewichtsteilen zu-

gegeben, in jedem Fall pro 100 Gewichtsteile Komponente (A). Eine Herabsetzung des Durometers des letztendlich erhaltenen Siliconkautschuks kann nicht ausgelöst werden, wenn Komponente (C) zu weniger als 0,1 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) verwendet wird. Die Verwendung von mehr als 50 Gewichtsteilen wird in solchen Problemen wie etwa Ausbluten der Komponente (C) aus dem letztendlich erhaltenen Siliconkautschuk und verminderten mechanischen Eigenschaften des Siliconkautschuks resultieren.

[0013] Das Organoperoxid (D) wirkt als Härtungsmittel für die vorliegende Zusammensetzung. Komponente (D) wird durch Hydroperoxide, wie etwa tert.-Butylhydroperoxid, Cumolhydroperoxid, Diisopropylbenzolhydroperoxid, p-Menthanhydroperoxid, 2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxyhexan, 2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxyhexan, 2,5-Dimethyl-2,5-dihydroperoxy-3-hexin und Pinenhydroxyperoxid; Dialkylperoxide, wie etwa Diisobutylperoxid, Ditert.-butylperoxid, Di-tert.-amylperoxid, tert.-Butylcumylperoxid, Dicumylperoxid, 2,5-Dimethyl-2,5-di(tert.-butylperoxy)hexan, 2,5-Dimethyl-2,5-di(tert.-butylperoxy)-3-hexin, α,α'-Bis(tert.-butylperoxy)-di(isobutylperoxy)benzol, 1,1-Bis(tert.-butylperoxy)-3,3,5-trimethylcyclohexan, n-Butyl-4,4'-bis(tert.-butylperoxy)valerat, 2,2-Bis(4,4'-di-tert.-butylperoxycyclohexyl)propan, 2,2-Bis(tert.-butylperoxy)butan und 1,1-Di(tert.-butylperoxy)cyclohexan; Diacylperoxide, wie etwa Decanoylperoxid, Lauroylperoxid, Stearoylperoxid, Succinylperoxid, Benzoylperoxid, p-Chlorbenzoylperoxid, o-Chlorbenzoylperoxid, 2,4-Dichlorbenzoylperoxid und Octanoylperoxid; Peroxyester, wie etwa tert.-Butylperoxyacetat, tert.-Butylperoxy-2-ethylhexanoat, tert.-Butylperoxylaurat, tert.-Butylperoxybenzoat, Di-tert.-butyldiperoxyphthalat, 2,5-Dimethyl-2,5-di(benzoylperoxy)hexan, tert.-Butylperoxymaleinsäure, tert.-Butylperoxyisopropylcarbonat, tert.-Butylperoxypivalat und tert.-Butylperoxyneodecanoat; Peroxydicarbonate, wie etwa Diisopropylperoxydicarbonat und Di-2-ethylhexylperoxydicarbonat, und Ketonperoxid veranschaulicht. Dialkylperoxide sind für Komponente (D) bevorzugt, da sie einen Siliconkautschuk mit einem niedrigeren Druckverformungsrest ergeben. Komponente (D) kann ein einziges Organoperoxid oder eine Mischung aus 2 oder mehr unterschiedlichen Organoperoxiden sein. Wenn Komponente (D) nicht bis zur Homogenität in Komponente (A) eingemischt werden kann, wird Komponente (D) vorzugsweise in ein niederviskoses Organopolysiloxan vorgemischt, um eine Paste zu ergeben, und diese Paste wird dann in Komponente (A) eingemischt.

[0014] Komponente (D) wird zu 0,1 bis 10 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) zugegeben und wird vorzugsweise zu 0,5 bis 5 Gewichtsteilen zugegeben. Die Siliconkautschukzusammensetzung wird eine stark verminderte Härtbarkeit aufweisen, wenn sie weniger als 0,1 Gewichtsteile Komponente (D) pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) enthält. Die Verwendung von mehr als 10 Gewichtsteilen Komponente (D) stellt wenig zusätzliche Wirkung bereit und ist somit unwirtschaftlich.

[0015] Die Folgenden können z. B. in die vorliegende Zusammensetzung als optionale Komponenten eingemischt werden, insoweit das Ziel der vorliegenden Erfindung nicht beeinträchtigt wird: organische Füllstoffe, wie etwa Kohlenstofffaser, Polyesterfaser, Polytetrafluorethylenharzpulver und Polyvinyl, deren Oberfläche durch Behandlung mit einer Organosiliciumverbindung, wie etwa einem Organoalkoxysilan, Organochlorsilan, Organosilazan, Organopolysiloxan oder Organocyclosiloxan, hydrophobiert worden ist; Haftvermittler, wie etwa 3-Mercaptopropyltrimethoxysilan, 3-Mercaptopropylmethyldimethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropylmethyldimethoxysilan, 3-Aminopropyltrimethoxysilan, 3-Aminopropyltriethoxysilan, 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan, 3-Methacryloxypropylmethyldimethoxysilan, 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilan, 3-Glycidoxypropylmethyldimethoxysilan, 2-(3,4-Epoxycyclohexyl)ethyltrimethoxysilan, Vinyltrimethoxysilan und Allyltrimethoxysilan; Wärmestabilisatoren, wie etwa Cersilanolat, Cersalze von Fettsäuren, Eisenoctylat und Bariumzirconat; Flammverzögerungsmittel, wie etwa Benzotriazol, Zinkcarbonat, Mangancarbonat, Platinverbindungen und Antimonoxid; Weichmacher, wie etwa Phtalatsäureester, Adipinsäureester, Maleinsäureester, Fumarsäureester und Phosphatsäureester; Prozesshilfen, wie etwa Stearinsäure, Natriumstearat, Fettsäureester und Festsäureamide; und niederviskose Organopolysiloxane.

[0016] Unsere Zusammensetzung kann hergestellt werden, indem die oben beschriebenen Komponenten (A) bis (D) und irgendwelche optionalen Komponenten bis zur Homogenität unter Verwendung eines Mischers, wie etwa eines Knetmischers, Banbury™-Mischers oder einer Zweiwalzenmühle, vermischt werden. In einem Verfahren zur Herstellung dieser Zusammensetzung, das als Beispiel angegeben wird, werden Komponenten (A) und (B) bis zur Homogenität mit einem Knetmischer oder Banbury-Mischer gemischt, um eine Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung zu ergeben, und dann werden Komponenten (C) und (D) bis zur Homogenität in diese Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung unter Verwendung einer Zweiwalzenmühle eingemischt. Der Durometer des letztendlich erhaltenen Siliconkautschuks kann wie gewünscht eingestellt werden, indem die Zugabe der Komponente (C) zu der Zusammensetzung über den Bereich von 0,1 bis 50 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteile Komponente (A) variiert wird. Die Zugabe der Komponente (C), die benötigt wird, um Siliconkautschuk mit einem speziellen gewünschten Durometer zu ergeben, wird ohne weiteres durch vorausgehende Messung des Durometers von Siliconkautschuk, der durch Härten der Siliconkautschukzusammensetzung, die Komponenten (A), (B) und (D) und irgendwelche optionalen Komponenten enthält, erhalten wird, und des Durometers von Siliconkautschuk, der durch die Zugabe von speziellen Mengen an Komponente (C) zu dieser Zusammensetzung erhalten wird, bestimmt.

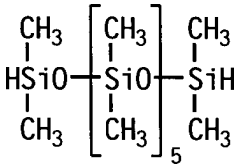
[0017] Die in Betracht stehende Zusammensetzung härtet rasch bei Temperaturen bei oder oberhalb der Zersetzungstemperatur von Komponente (D), z. B. bei 130°C bis 250°C, um einen Siliconkautschuk mit einem ausgewählten Durometer zu bilden. Als ein Ergebnis ist diese Zusammensetzung ideal zur Verwendung als Formmasse für Verpackungen, Dichtungen, Rohrmaterial und die Fixierwalzen oder Druckwalzen in Kopierern und Druckern.

[0018] Die Siliconkautschukzusammensetzung der vorliegenden Erfindung wird detaillierter unter Verwendung von Arbeitsbeispielen erklärt werden. Die Verfahren nach JIS (Japanischer Industriestandard) K 6301, "Physikalische Testverfahren für vulkanisierten Kautschuk", wurden verwendet, um den Durometer (JIS A), die Zugfestigkeit und den Druckverformungsrest (Behandlungstemperatur = 180°C, Kompressionszeit = 22 Stunden) der Produktsiliconkautschuke zu messen. Die thermische Leitfähigkeit der Siliconkautschuke wurde unter Verwendung eines Shortherm™ QTM Instruments (Heißdrahtverfahren im nichtstationären Zustand) von Showa™ Denko Kabushiki Kaisha gemessen.

[0019] Bezugsbeispiel 1. Unter Verwendung eines Knetmischers wurden die Folgenden zuerst bis zur Homogenität vermischt und wurden dann 2 Stunden unter Erwärmung bei 170°C gemischt: 100 Gewichtsteile trimethylsiloxyendblockiertes Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Copolymer (durchschnittlicher Polymerisationsgrad = 3.000; mol Dimethylsiloxaneinheiten zu mol Methylvinylsiloxaneinheiten = 99,84 zu 0,16); 45 Gewichtsteile nasstechnisch hergestelltes Siliciumdioxid (Schüttdichte = 70 g/l) und 5 Gewichtsteile silanolendblockiertes Dimethylpolysiloxan (Viskosität bei 25°C = 30 mPa·s) als Oberflächenbehandlungsmittel für das Siliciumdioxid. Die Zugabe von 1 Gewichtsteil 2,5-Dimethyl-2,5-di(tert.-butylperoxy)hexan zu der resultierenden Mischung unter Mischen bis zur Homogenität ergab dann eine Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I).

[0020] Bezugsbeispiel 2. Unter Verwendung eines Knetmischers wurden die Folgenden zuerst bis zur Homogenität vermischt und dann 2 Stunden unter Erwärmung bei 170°C gemischt: 100 Gewichtsteile trimethylsiloxyendblockiertes Dimethylsiloxan-Methylvinylsiloxan-Copolymer (durchschnittlicher Polymerisationsgrad = 3.000; mol Dimethylsiloxaneinheiten zu mol Methylvinylsiloxaneinheiten = 99,70 zu 0,30) und 200 Gewichtsteile Aluminiumoxid (mittlere Teilchengröße = 10 μm). Die Zugabe von 1,5 Gewichtsteilen 2,5-Dimethyl-2,5-di(tert.-butylperoxy)hexan zu der resultierenden Mischung unter Mischen bis zur Homogenität ergab dann eine Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II).

[0021] Beispiel 1. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 1 Gewichtsteil Dimethylsiloxanoligomer mit der Formel

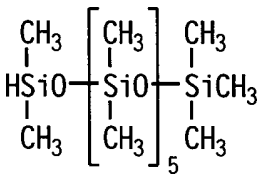


bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben wurde, eingemischt wurde. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

[0022] Beispiel 2. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde wie in Beispiel 1 hergestellt, aber in diesem Fall wurden 2 Gewichtsteile des Dimethylsiloxanoligomers, das in Beispiel 1 verwendet wurde, eingemischt. Der Siliconkautschuk wurde durch Härten der resultierenden Siliconkautschukzusammensetzung wie in Beispiel 1 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

[0023] Beispiel 3. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde wie in Beispiel 1 hergestellt, aber in diesem Fall wurden 3 Gewichtsteile des Dimethylsiloxanoligomers, das in Beispiel 1 verwendet wurde, eingemischt. Der Siliconkautschuk wurde durch Härten der resultierenden Siliconkautschukzusammensetzung wie in Beispiel 1 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

[0024] Beispiel 4. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 1 Gewichtsteil Dimethylsiloxanoligomer mit der Formel



bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammen-

setzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben wurde, eingemischt wurde. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind auch in Tabelle 1 angegeben.

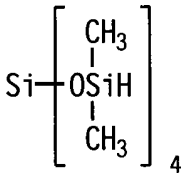
[0025] Beispiel 5. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde wie in Beispiel 4 hergestellt, aber in diesem Fall wurden 2 Gewichtsteile des Dimethylsiloxanoligomers, das in Beispiel 4 verwendet wurde, eingemischt. Der Siliconkautschuk wurde durch Härten der resultierenden Siliconkautschukzusammensetzung wie in Beispiel 1 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

[0026] Beispiel 6. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde wie in Beispiel 4 hergestellt, aber in diesem Fall wurden 3 Gewichtsteile des Dimethylsiloxanoligomers, das in Beispiel 4 verwendet wurde, eingemischt. Der Siliconkautschuk wurde durch Härten der resultierenden Siliconkautschukzusammensetzung wie in Beispiel 1 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind auch in Tabelle 1 angegeben.

[0027] **Fig.** 1 zeigt die Veränderung im Durometer der Siliconkautschuke aus Beispielen 1 bis 6 und Vergleichsbeispielen 1 bis 4 als eine Funktion der Organosiloxanzugabe.

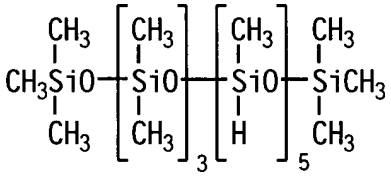
[0028] Vergleichsbeispiel 1. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben wurde, für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

[0029] Vergleichsbeispiel 2. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Tetra(dimethylwasserstoffsiloxy)silan mit der Formel



bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben wurde, eingemischt wurden. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind auch in Tabelle 1 angegeben.

[0030] Vergleichsbeispiel 3. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Dimethylsiloxan-Methylwasserstoffsiloxan-Copolymer mit der Formel



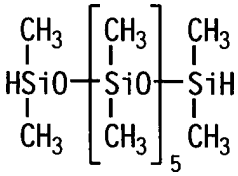
bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben wurde, eingemischt wurden. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind auch in Tabelle 1 angegeben.

[0031] Vergleichsbeispiel 4. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 3 Gewichtsteile trimethylsiloxyendblockiertes Dimethylpolysiloxan (Viskosität = 350 mPa·s) bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (I), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 1 beschrieben ist, eingemischt wurden. Ein 2 mm dickes Siliconkautschukblatt wurde durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2 in Form vulkanisiert. Der Durometer und die Zugfestigkeit dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

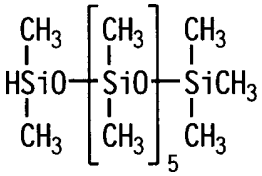
Tabelle 1

	Beispiel der Erfindung Nummer						Vergleichsbeispiel Nummer			
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
Durometer (JIS A)	45	40	36	43	35	30	50	48	50	47
Zugfestigkeit (MPa)	8,0	7,9	7,9	8,0	7,9	7,9	8,0	7,9	8,0	7,7

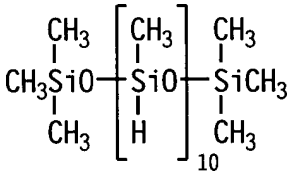
[0032] Beispiel 7. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Dimethylsiloxanoligomer mit der Formel



bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 2 beschrieben wurde, eingemischt wurden. 2 mm dicke und 12 mm dicke Siliconkautschukblätter wurden durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2, gefolgt von Erwärmen in einem Heißluftzirkulationsofen für 4 Stunden bei 200°C in Form vulkanisiert. Der Durometer, die Zugfestigkeit, die thermische Leitfähigkeit und der Druckverformungsrest dieses Siliconkautschuks wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.
[0033] Beispiel 8. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Dimethylsiloxanoligomer mit der Formel

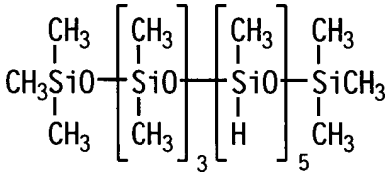


bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 2 beschrieben wurde, eingemischt wurden. 2 mm dicke und 12 mm dicke Siliconkautschukblätter wurden durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2, gefolgt von Erwärmen in einem Heißluftzirkulationsofen für 4 Stunden bei 200°C in Form vulkanisiert. Der Durometer, die Zugfestigkeit, die thermische Leitfähigkeit und der Druckverformungsrest dieser Siliconkautschuke wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.
[0034] Vergleichsbeispiel 5. 2 mm dicke und 12 mm dicke Siliconkautschukblätter wurden durch Heißpressen der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 2 beschrieben wurde, für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2, gefolgt von Erwärmen in einem Heißluftzirkulationsofen für 4 Stunden bei 200°C in Form vulkanisiert. Der Durometer, die Zugfestigkeit, die thermische Leitfähigkeit und der Druckverformungsrest dieser Siliconkautschuke wurden gemessen und die Ergebnisse sind auch in Tabelle 2 angegeben.
[0035] Vergleichsbeispiel 6. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Methylwasserstoffpolysiloxan mit der Formel



bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 2 beschrieben ist, eingemischt wurden. 2 mm dicke und 12 mm dicke Siliconkautschukblätter wurden durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2, gefolgt von Erwärmen in einem Heißluftzirkulationsofen für 4 Stunden

bei 200°C in Form vulkanisiert. Der Durometer, die Zugfestigkeit, die thermische Leitfähigkeit und der Druckverformungsrest dieser Siliconkautschuke wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.
[0036] Vergleichsbeispiel 7. Eine Siliconkautschukzusammensetzung wurde hergestellt, indem 2 Gewichtsteile Dimethylsiloxan-Methylwasserstoffsiloxan-Copolymer mit der Formel



bis zur Homogenität in einer Zweiwalzenmühle in 100 Gewichtsteile der Siliconkautschuk-Grundzusammensetzung (II), deren Herstellung in Bezugsbeispiel 2 beschrieben wurde, eingemischt wurden. 2 mm dicke und 12 mm dicke Siliconkautschukblätter wurden durch Heißpressen dieser Siliconkautschukzusammensetzung für 10 Minuten bei 170°C und 25 kgf/cm^2, gefolgt von Erwärmen in einem Heißluftzirkulationsofen für 4 Stunden bei 200°C in Form vulkanisiert. Der Durometer, die Zugfestigkeit, die thermische Leitfähigkeit und der Druckverformungsrest dieser Siliconkautschuke wurden gemessen und die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2

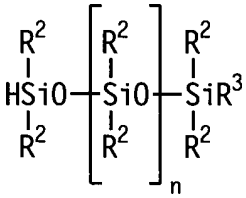
	Beispiele der Erfindung Nummer		Vergleichsbeispiele Nummer		
	7	8	5	6	7
Durometer (JIS A)	50	45	60	61	59
Zugfestigkeit (MPa)	4,1	4,0	4,0	4,1	4,0
Thermische Leitfähigkeit (x 10^{-3} cal/cm-s°C)	1,68	1,69	1,67	1,68	1,68
Druckverformungsrest (%)	16	15	15	14	15

Patentansprüche

1. Siliconkautschukzusammensetzung, enthaltend
(A) 100 Gewichtsteile eines Organopolysiloxans mit der mittleren Einheitsformel

$R^1_aSiO_{(4-a)/2}$,

worin R^1 substituierte und unsubstituierte monovalente Kohlenwasserstoffgruppen darstellt und a von 1,8 bis 2,3 ist,
(B) 0 bis 600 Gewichtsteile eines anorganischen Füllstoffs,
(C) 0,1 bis 50 Gewichtsteile eines Organosiloxans mit der allgemeinen Formel



worin R^2 Alkylgruppen darstellt, R^3 ausgewählt ist aus einer Gruppe bestehend aus einem Wasserstoffatom, einer Hydroxylgruppe und einer Alkylgruppe und n eine ganze Zahl von 0 bis 100 ist, und
(D) 0,1 bis 10 Gewichtsteile eines Organoperoxids.

2. Siliconkautschukzusammensetzung nach Anspruch 1, worin jedes R^1 unabhängig voneinander ausgewählt ist aus einer Gruppe bestehend aus Methyl, Vinyl, Phenyl und 3,3,3-Trifluorpropyl.

3. Siliconkautschukzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, worin R^2 gleich Methyl ist.

4. Siliconkautschukzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, worin R^3 das Wasserstoffatom ist.

5. Siliconkautschukzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, worin R^2 und R^3 gleich Methyl sind.

6. Siliconkautschukzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, worin das Organopolysiloxan eine geradkettige Struktur aufweist.

7. Siliconkautschuk, erhalten durch Härten einer Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 6.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Figur 1

