



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101443416 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 26

(21) 申请号 200780017117. 9

C08K 5/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2007. 05. 11

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

137074/2006 2006. 05. 16 JP

US 2004/0022978 A1, 2004. 02. 05, 说明书第  
38 段, 表 2.

CN 1662608 A, 2005. 08. 31, 说明书全文 .

(85) PCT 申请进入国家阶段日

2008. 11. 11

审查员 赵同音

(86) PCT 申请的申请数据

PCT/JP2007/060182 2007. 05. 11

(87) PCT 申请的公布数据

W02007/132932 EN 2007. 11. 22

(73) 专利权人 陶氏康宁东丽株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 吉武诚 竹内香须美 佐川贵志

中西康二

(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 11038

代理人 张钦

(51) Int. Cl.

C08L 83/04 (2006. 01)

C08K 5/5377 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

可固化的有机硅树脂组合物及其固化体

(57) 摘要

熔点不小于 50℃和在 150℃下的熔体粘度不  
小于 5000mPa·s 的可氢化硅烷化固化的有机硅树  
脂组合物,其特征具有含磷的氢化硅烷化反  
应延迟剂,在室温下为固体,加热时熔融,适合于  
压铸和注塑,和当固化时,能形成高强度和当在紫  
外线和热作用下变色最小的固化体。

1. 一种可氢化硅烷化固化的有机硅树脂组合物,其熔点不小于 50℃和在 150℃下的熔体粘度不小于 5000mPa · s,其中所述组合物的特征在于具有选自下述的含磷的氢化硅烷化反应延迟剂:双(二苯基膦基)甲烷、1,2-双(二苯基膦基)乙烷和 1,2-双(二苯基膦基)丙烷。

2. 权利要求 1 的组合物,其中前述可固化的有机硅树脂组合物包含至少下述组分:

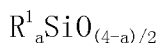
在一个分子内具有至少两个不饱和脂族烃基的有机基聚硅氧烷 (A);

在一个分子内具有至少两个与硅键合的氢原子的有机基聚硅氧烷 (B),其用量使得 0.1-10 摩尔与硅键合的氢原子对应于 1 摩尔在组分 (A) 内包含的不饱和脂族烃基;

金属类型的氢化硅烷化反应催化剂 (C),其以能加速组合物的固化的用量使用;和

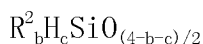
所述含磷的氢化硅烷化延迟剂 (D),以每 1 摩尔在组分 (C) 内包含的金属原子计,用量为 0.01-1000 摩尔。

3. 权利要求 2 的组合物,其中前述组分 (A) 包括下述平均式的有机基聚硅氧烷:



其中  $R^1$  是任选取代的单价烃基、烷氧基或羟基,然而,在一个分子内至少两个用  $R^1$  表示的基团应当包括具有不饱和脂族键的单价烃基,  $a$  是满足下述条件的数值:  $1 \leq a < 2$ 。

4. 权利要求 2 的组合物,其中前述组分 (B) 是用下述平均结构式表示的有机基聚硅氧烷:



其中  $R^2$  是不含不饱和脂族键的任选取代的烃基,其中  $b$  和  $c$  是应当满足下述条件的数值:  $0.7 \leq b \leq 2.1$ ;  $0.001 \leq c \leq 1.0$ ; 和  $0.8 \leq (b+c) \leq 2.6$ 。

5. 权利要求 2 的组合物,其中前述组分 (C) 是铂类氢化硅烷化反应催化剂。

6. 通过固化权利要求 1-5 任何一项的组合物获得的固化体。

## 可固化的有机硅树脂组合物及其固化体

### 技术领域

[0001] 本发明涉及通过氢化硅烷化反应固化的可固化的有机硅树脂组合物和涉及前述组合物的固化体。更具体地,本发明涉及可固化的有机硅树脂组合物,它在室温下为固体,加热时熔融,适合于压铸或注塑,和当固化时,形成特征在于高强度和在 UV 辐射和热的作用下抗变色性高的固化体。

### 背景技术

[0002] 本领域已知含在一个分子内具有至少两个不饱和脂族烃基的有机基聚硅氧烷、在一个分子内具有至少两个与硅键合的氢原子的有机基聚硅氧烷和氢化硅烷化催化剂的可固化的有机硅树脂组合物。在许多情况下,这一组合物在室温下为液体或腻子状态,从而使得这一化合物不适合于压铸或注塑。因此,为了使可氢化硅烷化固化的有机硅树脂组合物适合于压铸或注塑,在日本未审专利申请公布(下文称为“Kokai”)S50-80356 和 S51-34259 中提出了制备这一组合物的方式使得它在室温下为固体和当加热时熔融。

[0003] 然而,即使在 Kokai S50-80356 和 Kokai S51-34259 中公开的这类可固化的有机硅树脂组合物在室温下为固体和在氢化硅烷化催化剂作用下可加速其固化,但该组合物的储存稳定性差。此外,由于在制备这一组合物中必须使用的热会引起固化,因此在压铸和注塑过程中,所得组合物具有差的产品再现性。

[0004] 已尝试以单部分组合物形式制备可氢化硅烷化固化的有机硅树脂组合物或者添加氢化硅烷化反应延迟剂以改进组合物的储存稳定性。然而,这些措施引起通过固化该组合物获得的固化体变色,或者模塑产品在 UV 辐射或热的作用下抗变色性下降。结果,由这种可固化的有机硅树脂组合物获得的固化体不适合用于模塑光学材料例如用作发光二极管的密封剂。

[0005] 本发明的目的是提供一种可以单部分形式使用的可固化的有机硅树脂组合物,它在室温下为固体,加热时熔融,适合于压铸和注塑,和当固化时,形成特征在于高强度和在 UV 辐射和热的作用下抗变色性高的固化体。本发明的另一目的是提供透明度高的前述组合物的固化体,其特征在于高强度和在 UV 辐射或热的作用下的变色下降。

[0006] 发明公开

[0007] 本发明涉及可氢化硅烷化固化的有机硅树脂组合物,其熔点不小于 50℃ 和在 150℃ 下的熔体粘度不小于 5000mPa · s,其中所述组合物的特征在于具有含磷的氢化硅烷化反应延迟剂。

[0008] 本发明还涉及通过固化前述组合物获得的固化体。

[0009] 发明效果

[0010] 可固化的有机硅树脂组合物可以单部分形式使用,它加热时熔融,适合于传递模塑和注塑,和当固化时,形成特征在于高强度和在 UV 辐射和热的作用下抗变色性高的固化体。此外,本发明的固化体具有高透明度,以及特征在于高强度和在 UV 辐射或热的作用下的变色下降。

[0011] 发明详述

[0012] 本发明的可固化的有机硅树脂组合物的熔点不小于 50℃,和在 150℃下的熔体粘度不小于 5000mPa·s。由于这一组合物在室温(25℃)下为固体,当加热到不小于 50℃时软化,和在 150℃下的熔体粘度不小于 5000mPa·s,因此它适合于压铸和注塑。

[0013] 通过氢化硅烷化反应固化本发明的组合物,和该组合物的特征在于具有含磷的氢化硅烷化反应延迟剂。前述延迟剂是调节氢化硅烷化反应过程中组合物固化所使用的组分。该氢化硅烷化反应延迟剂例举下述化合物:二苯基膦、三苯基膦、二甲基苯基膦、二乙基苯基膦、三丙基膦、二环己基苯基膦、双(二苯基膦基)甲烷、1,2-双(二苯基膦基)乙烷、1,2-双(二苯基膦基)丙烷、1,3-双(二苯基膦基)丙烷、1,4-双(二苯基膦基)丁烷、2,3-双(二苯基膦基)丁烷、1,5-双(二苯基膦基)戊烷、1,6-双(二苯基膦基)己烷、双(2-二苯基膦基乙基)苯基膦、双(二苯基膦基)乙炔、1,1-双(二苯基膦基)乙烯、1,2-双(二苯基膦基)乙烯、1,1-双(二苯基膦基)二茂铁、1,3-双(二环己基膦基)丙烷、1,2-双(二甲基膦基)乙烷、1,2-双(二甲基膦基)苯或 1,2-双(二苯基膦基)苯或类似的膦类化合物;二苯基氧化膦、三苯基氧化膦、二甲基苯基氧化膦、二乙基苯基氧化膦、三丙基氧化膦、三丁基氧化膦或类似的氧化膦类化合物;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、磷酸二苯基甲酯或类似的磷酸类化合物;甲基膦酸二甲酯、甲基膦酸二乙酯、甲基膦酸二丙酯或类似的膦酸类化合物;亚磷酸三苯酯、亚磷酸三甲酯、亚磷酸三乙酯、亚磷酸三丙酯、亚磷酸三丁酯、亚磷酸二苯酯、亚磷酸二甲酯、亚磷酸二乙酯、亚磷酸二丙酯、亚磷酸二丁酯或类似的亚磷酸类化合物;苯基亚膦酸二甲酯、苯基亚膦酸二乙酯、苯基亚膦酸二丙酯或类似的亚膦酸类化合物。最优选膦类化合物,尤其是双(二苯基膦基)甲烷、1,2-双(二苯基膦基)乙烷或 1,2-双(二苯基膦基)丙烷。

[0014] 对可在本发明的组合物中使用的前述延迟剂的用量没有特别限制。然而,推荐添加用量为 0.01-1000 摩尔和优选 0.1-500 摩尔延迟剂,以 1 摩尔在本发明组合物内包含的金属类型氢化硅烷化催化剂中的金属原子计。若延迟剂的添加量低于推荐下限,则难以制备单部分形式的组合物,且还会损害压铸或注塑。另一方面,若延迟剂的添加量超过推荐上限,则难以固化。

[0015] 本发明的可固化的有机硅树脂组合物包含至少下述组分:

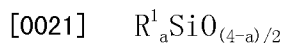
[0016] 一个分子内具有至少两个不饱和脂族烃基的有机基聚硅氧烷(A);

[0017] 一个分子内具有至少两个与硅键合的氢原子的有机基聚硅氧烷(B){这一组分的使用量使得 0.1-10 摩尔与硅键合的氢原子对应于 1 摩尔在组分(A)内包含的不饱和脂族烃基};

[0018] 金属类型的氢化硅烷化反应催化剂(C)(能加速组合物固化的用量);和

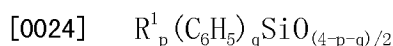
[0019] 含磷的氢化硅烷化延迟剂(D){以每 1 摩尔在组分(C)内包含的金属原子计,用量为 0.01-1000 摩尔}。

[0020] 构成组分(A)的有机基聚硅氧烷在一个分子内含有至少两个不饱和脂族烃基。对这一化合物的分子结构没有特别限制,它可具有直链、部分支化的直链,或支化分子结构。优选支化分子结构。不饱和脂族烃基以下述为代表:乙烯基、烯丙基、丙烯基、异丙烯基、丁烯基、辛烯基或类似的链烯基;环己烯基、环庚烯基或类似的环烯基。在这些当中,最优选链烯基,特别是乙烯基、烯丙基和己烯基。组分(A)用下述平均结构式来表示:



[0022] 其中  $R^1$  是任选取代的单价烃基、烷氧基或羟基。 $R^1$  表示的单价烃基例举：甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、叔丁基、戊基、新戊基、己基、环己基、辛基、壬基、癸基或类似烷基；乙烯基、烯丙基、丙烯基、异丙烯基、丁烯基、己烯基、辛烯基或类似的链烯基；环己烯基、环庚烯基或类似的环烯基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基或类似芳基；苄基、苯乙基、苯丙基或类似的芳烷基；3-氯丙基、2-溴乙基、3,3,3-三氟丙基或类似卤素取代的烷基。然而，在一个分子内包含的用  $R^1$  表示的至少两个基团应当是具有不饱和脂族键的单价烃基，例如链烯基、环烯基或类似基团。最优选前述链烯基。在上式中， $a$  是满足下述条件的数值： $1 \leq a < 2$ 。

[0023] 在代表组分 (A) 的前述有机基聚硅氧烷中，引入苯基，以便提供由本发明组合物获得的固化体高的折射指数。推荐组分 (A) 用下述平均结构式表示：

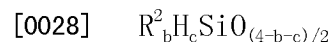


[0025] 其中  $R^1$  与以上定义的相同，和  $p$  与  $q$  是满足下述条件的数值： $1 \leq (p+q) < 2$ ，优选  $1 \leq (p+q) \leq 1.8$ ，和甚至更优选应当满足下述条件： $1 \leq (p+q) \leq 1.5$ ，和  $0.20 \leq q/(p+q) \leq 0.95$ ，优选  $0.30 \leq q/(p+q) \leq 0.80$ ，和甚至更优选  $0.45 \leq q/(p+q) \leq 0.70$ 。

[0026] 可通过各种方法制备组分 (A)。根据一种方法，可视需要在四氯硅烷、甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷或三甲基氯代硅烷存在下，通过对苯基三氯硅烷和含有链烯基的氯代硅烷进行共水解和缩合，制备组分 (A)，其中所述含有链烯基的氯代硅烷例如是乙烯基三氯硅烷、甲基乙烯基二氯硅烷、二甲基乙烯基氯代硅烷、烯丙基甲基二氯硅烷、丁烯基甲基二氯硅烷、甲基戊基二氯硅烷、己烯基三氯硅烷、己烯基甲基二氯硅烷、己烯基二甲基氯代硅烷、庚烯基甲基二氯硅烷、甲基辛烯基二氯硅烷、甲基壬烯基二氯硅烷、癸烯基甲基二氯硅烷、甲基十一烯基二氯硅烷或十二烯基甲基二氯硅烷。根据另一方法，可通过视需要在四甲氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷或三甲基甲氧基硅烷存在下，对苯基三甲氧基硅烷和含有链烯基的烷氧基硅烷进行共水解和缩合，制备组分 (A)，其中所述含有链烯基的烷氧基硅烷例如是乙烯基三甲氧基硅烷、甲基乙烯基二甲氧基硅烷、二甲基乙烯基甲氧基硅烷、烯丙基甲基二甲氧基硅烷、丁烯基甲基二甲氧基硅烷、甲基戊烯基二甲氧基硅烷、己烯基三甲氧基硅烷、己烯基甲基二甲氧基硅烷、己烯基二甲基甲氧基硅烷、癸烯基甲基二甲氧基硅烷、甲基辛烯基二甲氧基硅烷、甲基壬烯基二甲氧基硅烷、癸烯基甲基二甲氧基硅烷、甲基十一烯基二甲氧基硅烷、十二烯基甲基二甲氧基硅烷。另一方法由在酸性或碱性聚合催化剂存在下对在通过以上所述的方法获得的有机硅树脂内包含的硅烷醇基进行缩合组成。下述方法也是可行的：在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂和分子两端均用三甲基甲硅烷氧基封端的甲基乙烯基硅氧烷进行平衡聚合；在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂和环状甲基乙烯基硅氧烷进行平衡聚合；在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂、环状甲基乙烯基硅氧烷和环状二甲基硅氧烷进行平衡聚合；在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂和分子两端均用硅烷醇基封端的甲基己烯基硅氧烷进行平衡聚合；在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂和环状己烯基甲基硅氧烷进行平衡聚合，或在酸性或碱性聚合催化剂存在下，对由  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的有机硅树脂、环状己烯基甲基硅氧烷和环状甲基乙烯基硅氧烷进

行平衡聚合。

[0027] 构成组分 (B) 的有机基聚硅氧烷在一个分子内含有至少两个与硅键合的氢原子且在本发明的组合物中用作交联剂。对组分 (B) 的分子结构没有特别限制,和这一化合物可具有直链、部分支化的直链或支化分子结构,其中优选支化分子结构。组分 (B) 用下述平均结构式表示:



[0029] 其中  $R^2$  是不具有不饱和脂族键的任选取代的单价烃基。这一基团用下述表示:甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、叔丁基、戊基、新戊基、己基、环己基、辛基、壬基、癸基或类似烷基;苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基或类似芳基;苄基、苯乙基、苯丙基或类似的芳烷基;3-氯丙基、2-溴乙基、3,3,3-三氟丙基或类似的卤素取代的烷基。在上式中,  $b$  和  $c$  是应当满足下述条件的数值: $0.7 \leq b \leq 2.1$ ;  $0.001 \leq c \leq 1.0$ ; 和  $0.8 \leq (b+c) \leq 2.6$ 。最优选下述条件: $0.8 \leq b \leq 2$ ;  $0.01 \leq c \leq 1$ ; 和  $1 \leq (b+c) \leq 2.4$ 。

[0030] 前述组分 (B) 例举 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、1,3,5,7-四甲基环四硅氧烷、分子两端均用三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢聚硅氧烷,分子两端均用三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢硅氧烷和二甲基硅氧烷的共聚物,分子两端均用二甲基氢甲硅烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷,分子两端均用二甲基氢甲硅烷氧基封端的甲基氢硅氧烷和二甲基硅氧烷的共聚物,分子两端均用三甲基甲硅烷氧基封端的二苯基硅氧烷和甲基氢硅氧烷的共聚物,分子两端均用三甲基甲硅烷氧基封端的二甲基硅氧烷、二苯基硅氧烷和甲基氢硅氧烷的共聚物,由  $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$  单元和  $SiO_{4/2}$  单元组成的共聚物,或由  $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$  单元、 $SiO_{4/2}$  单元和  $C_6H_5SiO_{3/2}$  单元组成的共聚物。

[0031] 对可在本发明的组合物中使用的组分 (B) 的用量没有特别限制,但推荐这一组分的添加量应当使得组分 (B) 中与硅键合的氢原子的含量范围为 0.1-10 摩尔,优选 0.5-5 摩尔/1 摩尔在组分 (A) 中的不饱和的脂族烃基。若组分 (B) 中与硅键合的氢原子与组分 (A) 中的不饱和脂族烃基的摩尔比低于推荐下限,则所得组合物可能固化不完全;另一方面,若该比值超过推荐上限,则这将在固化体内产生孔隙或者会降低其机械强度。

[0032] 使用构成组分 (C) 的金属类氢化硅烷化催化剂,加速组合物的氢化硅烷化反应。对组分 (C) 没有特别限制,可例举铂类催化剂、铑类催化剂或钯类催化剂,其中优选铂类催化剂。铂类催化剂例举醇改性的氯铂酸、铂-烯烃络合物、铂-链烯基硅氧烷络合物或铂-羰基络合物。可以溶解或分散在热塑性树脂内的微粒形式制备前述金属类催化剂,或者可以由在热塑性树脂壳内的铂类催化剂核组成的微包封微粒形式制备它。热塑性树脂例举有机硅树脂、聚硅烷树脂、丙烯酸树脂、甲基纤维素或聚碳酸酯树脂。推荐热塑性树脂的软化点或玻璃化转变点在 40-200°C 范围内。

[0033] 对可加入到组合物中的组分 (C) 的用量没有特别限制,只要加速组合物的固化即可。例如,当铂类催化剂用作组分 (C) 时,以质量单位计,它可以 0.1-2000ppm,优选 1-1000ppm 金属铂的用量包含在组合物内。若组分 (C) 的用量低于推荐下限,则难以提供充足的固化;另一方面,若它的包含量超过推荐上限,则不会显著改进固化。

[0034] 使用含磷的氢化硅烷化延迟剂 (D) 来控制借助氢化硅烷化反应而固化组合物。它例举与以上给出的相同的化合物。对这一组分可加入到组合物内的用量没有特别限制,但推荐组分 (D) 的添加量范围为 0.01-1000 摩尔,优选 0.1-500 摩尔/1 摩尔在组分 (C) 内的

金属原子。若添加量低于推荐下限,则在单部分形式内,氢化硅烷化反应会增加组合物的粘度且使得它不适合于在压铸或注塑中使用。另一方面,若添加量超过推荐上限,则难以固化。

[0035] 在与本发明的目的不冲突的范围内,可结合前述组分(D)与其他氢化硅烷化延迟剂,例如:2-甲基-3-丁炔-2-醇、3,5-二甲基-1-己炔-3-醇、3-苯基-3-丁炔-2-醇或类似的炔醇;3-甲基-3-戊烯-1-炔、3,5-二甲基-3-己烯-1-炔或类似的烯炔化合物;1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷、1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四己烯基环四硅氧烷或苯并三唑。对延迟剂可加入到组合物中的用量没有特别限制;然而,一般地,相对于含有铂类催化剂的可固化的有机硅树脂组合物,可以非常少的用量加入。更具体地,以每100质量份组分(A)计,延迟剂的添加量可以为0.0001-10质量份,优选0.001-5质量份。

[0036] 若不与本发明的目的冲突,则组合物可掺入无机填料、粘合赋予剂或类似物。无机填料例举热解法二氧化硅、沉淀二氧化硅、二氧化钛、炭黑、氧化铝、石英粉、或类似的无机填料,以及用有机基烷氧基硅烷、有机基氯代硅烷、有机基硅氮烷或用类似的有机硅氧烷化合物进行过疏水表面处理的这些填料。粘合赋予剂可例举:3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、3-丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷或类似的含丙烯酰氧基的有机基烷氧基硅烷;3-氨基丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨基乙基)-3-氨基丙基三甲氧基硅烷或类似的含氨基的有机基烷氧基硅烷;3-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷或类似的含环氧基的有机基烷氧基硅烷或其他硅烷偶联剂;3-环氧丙氧丙基三烷氧基硅烷和用硅烷醇基封端的二甲基聚硅氧烷的缩合产物,3-环氧丙氧丙基三烷氧基硅烷和用硅烷醇基封端的甲基乙烯基聚硅氧烷的缩合产物,或3-环氧丙氧丙基三烷氧基硅烷与用硅烷醇基封端的甲基乙烯基硅氧烷和二甲基硅氧烷的共聚物的缩合产物。

[0037] 对制备本发明组合物可使用的方法没有特别限制。例如,混合组分(C)和(D),然后将组分(A)和(B)溶解在有机溶剂内并混合,通过蒸馏除去溶剂,并粉碎在室温下为固体的所得混合物。根据另一方法,预混组分(C)和(D),然后熔融并混合组分(A)和(B)。可通过与制备液体或糊剂形式的常规可固化的有机硅树脂组合物所使用的方法不同的方法来制备本发明的组合物。

[0038] 当本发明的可固化的有机硅树脂组合物固化时,它形成高强度和优良透明度且在紫外线和热作用下变色最小的固化体。因此,这一组合物适合于用作制备透镜或其他光学部件的可模塑树脂和在光学领域中用作诸如发光二极管等之类部件的密封和保护剂。

[0039] 现更详细地描述本发明的固化体。通过固化以上所述的有机硅树脂组合物获得固化体。由于在紫外线和热作用下变色最小,因此该固化体可用作适合于光学应用的材料,例如用作发光二极管的保护或密封剂,或者用作制备透镜、光导管等的光学材料。

[0040] 实施例

[0041] 参考应用例和对比例,进一步更详细地描述本发明的可固化的有机硅树脂组合物和该组合物的固化体。在随后的实施例中,通过以下所述的方法测量可固化的有机硅树脂组合物的软化点,组合物在150℃下的熔体粘度,和组合物的固化体的机械强度。

[0042] [测量软化点]

[0043] 通过软化点测量仪器,以从一部分粉化的可固化的有机硅树脂组合物开始液化到整个组合物完全液化时测量的平均温度形式测量软化点。

[0044] [测量在 150℃ 下熔体粘度]

[0045] 使用具有直径 25mm 的刀片的 RDA-II 粘度计 (Rheometrics Company), 测量在 150℃ 下可固化的有机硅树脂组合物的粘度。

[0046] [固化体的机械强度]

[0047] 在 170℃ 下, 对可固化的有机硅树脂组合物进行压铸 10 分钟, 然后在辅助的工艺中, 通过在 170℃ 下加热产物 2 小时, 形成棒状固化体。所得棒状固化体用作根据 JIS K7171-1994 (测试塑料弯曲特征的方法) 测试弯曲强度和弹性弯曲模量的样品。

[0048] [应用例 1]

[0049] 在 100 质量份甲苯内溶解 86.2 质量份用下述平均单元式表示的有机基聚硅氧烷:

[0050]  $[(\text{CH}_3)\text{CH}_2 = \text{CHSiO}_{2/2}]_{0.10}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}]_{0.15}(\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2})_{0.75}$

[0051] 和 13.8 质量份用下述平均单元式表示的有机基聚硅氧烷:

[0052]  $[(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}]_{0.60}(\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2})_{0.40}$

[0053] 由下述组分制备混合溶液: 铂 (0) 的二乙烯基四甲基二硅氧烷络合物的二乙烯基四甲基二硅氧烷溶液, 使得相对于前述有机基聚硅氧烷的总质量, 铂原子的含量等于 5ppm; 和用量为铂原子用量 1.5 倍的含有 1,3-双(二苯基膦)丙烷作为氢化硅烷化反应延迟剂的二乙烯基四甲基二硅氧烷溶液。将这一混合溶液加入到前面提及的有机基聚硅氧烷的甲苯溶液中, 并搅拌该混合物。在蒸发器内, 通过蒸馏, 除去甲苯和二乙烯基四甲基二硅氧烷, 于是获得粉化的可固化的有机硅树脂组合物。所得可固化的有机硅树脂组合物的软化点为 85℃ 和在 150℃ 下的熔体粘度为 20,000mPa·s。

[0054] 之后, 压缩所得粉化的可固化的有机硅树脂组合物, 形成粒料, 和在 170℃ 下对该粒料进行压铸 10 分钟, 和在 170℃ 下进行辅助加热 2 小时。结果, 产生透明的固化体。该透明的固化体的弯曲强度等于 42MPa 和弹性弯曲模量等于 1.3GPa。

[0055] 此外, 将通过压缩粉化的可固化的有机硅树脂组合物形成的粒料在烘箱内在 50℃ 下保持 3 天, 在 170℃ 下进行压铸 10 分钟, 随后在 170℃ 下进行辅助加热 2 小时。试验表明, 可获得具有与在烘箱内处理之前的组合物的固化体相同的透明度、弯曲强度和弹性弯曲模量的固化体。

[0056] [对比例 1]

[0057] 以与应用例 1 所述相同的方式制备粉化的可固化的有机硅树脂组合物, 所不同的是氢化硅烷化延迟剂包括以组合物的总重量计使用量为 1000ppm 的甲基三-(1,1-二甲基-2-丙烯氧基)硅烷。然而, 一部分组合物变为凝胶, 因此不适合于随后压铸。

[0058] [对比例 2]

[0059] 以与应用例 1 所述相同的方式制备粉化的可固化的有机硅树脂组合物, 所不同的是氢化硅烷化延迟剂包括以组合物的总重量计使用量为 3500ppm 的甲基三-(1,1-二甲基-2-丙烯氧基)硅烷。所得可固化的有机硅树脂组合物的熔点为 85℃ 和在 150℃ 下熔体粘度等于 20,000mPa·s。

[0060] 将所得可固化的有机硅树脂组合物压缩成粒料, 并在 170℃ 下进行压铸 10 分钟, 于是在这一方法中产生的固化体获得浅黄色色调。因此, 不需要测试固化体的机械强度, 这是因为它已经不适合于光学应用。将所得粉化的有机硅树脂组合物压缩成粒料以供在

170℃下压铸 10 分钟。该模塑体也具有黄色的色调。

[0061] 可以单部分形式生产本发明的可固化的有机硅树脂组合物,可通过加热熔融,适合于压铸或注塑,和当固化时,产生高强度、优良透明度和在紫外线与热的作用下抗变色的固化体。因此,这一组合物适合于用作可模塑树脂以供生产光学部件,例如透镜或类似物 and 用作保护与密封光学元件例如发光二极管或类似物的光学材料。此外,本发明的光学材料可用作透镜和光学部件的密封元件。