

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

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



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480035819.6

[45] 授权公告日 2009 年 3 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 100465233C

[22] 申请日 2004.11.29

[21] 申请号 200480035819.6

[30] 优先权

[32] 2003.12.2 [33] JP [31] 402810/2003

[86] 国际申请 PCT/JP2004/018093 2004.11.29

[87] 国际公布 WO2005/054371 英 2005.6.16

[85] 进入国家阶段日期 2006.6.2

[73] 专利权人 陶氏康宁东丽株式会社

地址 日本东京

共同专利权人 陶氏康宁公司

[72] 发明人 吉武诚 中西康二 中岛久隆

小林秀树 村上正志 竹内香须美

[56] 参考文献

US2002161140 A1 2002.10.31

US6313190 B1 2001.11.6

US4198131 A 1980.4.15

US2001039323 A1 2001.11.8

审查员 沙 柯

[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 22 页

[54] 发明名称

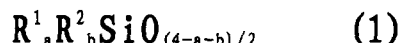
可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物和光学材料

[57] 摘要

一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其在固化体状态下，在 25℃ 下的硬度为 60 - 100，和在 150℃ 下的硬度为 40 - 100，所述硬度根据 ASTM D2240 - 86 的规定测量，所述组合物包括：(A) 100 重量份由至少链烯基和苯基组成的有机聚硅氧烷树脂；(B) 10 - 50 重量份由至少链烯基和苯基组成的有机低聚硅氧烷；(C) 20 - 100 重量份有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷；和 (D) 催化量的加成反应催化剂；一种光学材料，其由前述组分 (A)、(B) 和 (C) 组成的固化体构成，且拥有前述特性。

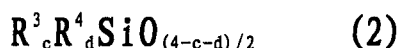
1. 一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物, 其在固化体状态下, 在 25℃下的硬度为 60-100, 和在 150℃下的硬度为 40-100, 所述硬度根据 ASTM D2240-86 的规定测量, 所述组合物包括:

(A) 100 重量份用下述平均组成式表示的有机聚硅氧烷树脂:



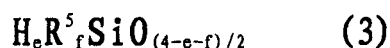
其中 R^1 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基; R^2 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 50mol% 的 R^2 由苯基组成; “a” 为 0.09-0.16, 和 “b” 为 1.00-1.20, 所述有机聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成且重均分子量等于或超过 3000, 所述重均分子量以聚苯乙烯作为参考并通过凝胶色谱法来测定;

(B) 10-50 重量份用下述平均组成式表示的有机低聚硅氧烷:



其中 R^3 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基; R^4 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 10mol% 的 R^4 由苯基组成; “c” 为 0.60-0.80, 和 “d” 为 1.50-2.10, 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成;

(C) 20-100 重量份用下述平均组成式表示的有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷:



其中 R^5 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 20mol% 的 R^5 由苯基组成; “e” 为 0.35-0.65, 和 “f” 为 0.90-1.70; 和

(D) 催化量的加成反应催化剂。

2. 权利要求 1 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物, 其中: 在所述平均组成式(1)中, “a” 为 0.10-0.15, 和 “b” 为 1.00-1.15; 在所述平均组成式(2)中, “c” 为 0.60-0.80, 和 “d” 为 1.50-2.00; 和在所述平均组成式(3)中, “e” 为 0.35-0.65, 和 “f” 为 1.30-1.70。

3. 权利要求 1 或 2 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物, 其

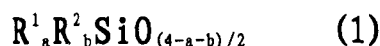
中组分(B)是用下式表示的有机低聚硅氧烷:



其中 R^7 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基; R^8 各自独立地表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 10mol% 的 R^8 由苯基组成; 和 “g” 为 2 或 3, 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成。

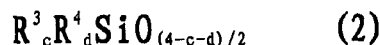
4. 一种光学材料, 其包括通过借助加成反应固化下述组分获得的固化体:

(A) 100 重量份用下述平均组成式表示的有机聚硅氧烷树脂:



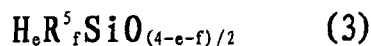
其中 R^1 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基; R^2 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 50mol% 的 R^2 由苯基组成; “a” 为 0.09-0.16, 和 “b” 为 1.00-1.20, 所述有机聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成且重均分子量等于或超过 3000, 所述重均分子量以聚苯乙烯作为参考并通过凝胶色谱来测定;

(B) 10-50 重量份用下述平均组成式表示的有机低聚硅氧烷:



其中 R^3 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基; R^4 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 10mol% 的 R^4 由苯基组成; “c” 为 0.60-0.80, 和 “d” 为 1.50-2.10, 所述有机低聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成;

(C) 20-100 重量份用下述平均组成式表示的有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷:



其中 R^5 表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 20mol% 的 R^5 由苯基组成; “e” 为 0.35-0.65, 和 “f” 为 0.90-1.70; 所述固化体在 25℃ 下的硬度为 60-100, 和在 150℃ 下的硬度为 40-100, 所述硬度根据 ASTM D2240-86 的规定测量。

5. 权利要求 4 的光学材料, 其中在所述平均组成式(1)中, “a” 为 0.10-0.15, 和 “b” 为 1.00-1.15; 其中在所述平均组成式(2)中,

“c”为 0.60 - 0.80, 和 “d”为 1.50 - 2.00; 和其中在所述平均组成式(3)中, “e”为 0.35 - 0.65, 和 “f”为 1.30 - 1.70。

6. 权利要求 4 或 5 的光学材料, 其中组分(B)是用下式表示的有机低聚硅氧烷:



其中 R^7 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基; R^8 各自独立地表示取代或未取代的单价烃基, 链烯基除外, 至少 10mol% 的 R^8 由苯基组成; 和 “g” 为 2 或 3, 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成。

可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物和光学材料

技术领域

[0001] 本发明涉及可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物和由前述组合物的固化体构成的光学材料。

背景技术

[0002] 当今，鉴于有机树脂的良好加工性、轻的重量、低的成本、高的抗冲性和前述有机材料固有的其它有用的性能，因此光学部件，例如由无机玻璃制备的透镜常常被有机树脂替代。为了响应最近光学元件的小型化、光源的增强以及工作温度和光强度的增加，对开发拥有高的耐热和耐光性的新型有机树脂材料存在需求。另一方面，众所周知的是，有机硅树脂的特征在于优良的耐热性、优良的抗低温性，和诸如优良的电绝缘特性、防水性、透明度等性能。因此，可固化的有机硅树脂组合物在各种工业领域中具有应用。此外，据预期，由于颜色稳定性和能维持比其它有机树脂材料更好的物理性能，因此有机硅树脂组合物将具有更宽的用途作为制备光学元件的材料。

[0003] 可固化的有机硅树脂组合物，和尤其是可固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，例如可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物的特征在于良好的固化性、快速固化和不存在副产物。例如，日本专利公报 (Kokoku) No. S52-44900 (其对应于美国专利 No. 3732330) 公开了一种可加成固化的有机硅树脂组合物，其由甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂和用下式 $[H(CH_3)_2SiO]_2Si(C_6H_5)_2$ 表示的二(二甲基氢甲硅烷氧基)二苯基硅烷以及铂催化剂组成，其中所述甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂由 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 单元和 $CH_2=CH(CH_3)_2SiO_{1/2}$ 单元组成。

[0004] 日本未审专利申请公报 (下文称为 Kokai) No. S53-20545 公开了一种可固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其由甲基苯基乙烯基硅氧烷树脂、直链甲基苯基氢聚硅氧烷和铂催化剂组成，其中所述甲基

苯基乙烯基硅氧烷树脂由单苯基硅氧烷单元、二苯基硅氧烷单元、二甲基硅氧烷单元和乙烯基甲基硅氧烷单元组成，所述直链甲基苯基氢聚硅氧烷由二苯基硅氧烷单元、甲基氢硅氧烷单元、二甲基硅氧烷单元和三甲基硅氧烷单元组成。上述材料用作涂布剂、可模塑树脂和用于电子部件的封装剂。此外，Kokai 2002-265787 公开了一种可加成固化的有机硅树脂组合物，其由含苯基和链烯基的有机聚硅氧烷树脂，含苯基的有机氢聚硅氧烷和氢化硅烷化固化催化剂组成。由最后提及的组合物生产的固化体具有高的透明度、强度和硬度，因此可用于制备电子和电器设备、办公室自动化设备和精密仪器。

[0005]然而，甲基苯基聚硅氧烷树脂通常为固体或者高度粘稠的液体状态，因此，它不具有令人满意的可模塑性和流动性。因此，Kokai S54-159459(其对应于美国专利 No. 4234713)公开了一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其由甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂，用式 $[H(CH_3)_2SiO]_2Si(C_6H_5)_2$ 或 $[H(CH_3)_2SiO]_3Si(C_6H_5)$ 表示的单元组成的二甲基氢甲硅烷氧基苯基硅烷和铂催化剂组成，并添加有二苯基双(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷形式的稀释剂，其中所述甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂由 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 单元和 $CH_2=CH(CH_3)_2SiO_{1/2}$ 单元组成。Kokai H11-1619 的实践实施例 1 公开了一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其由甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂、甲基苯基氢低聚硅氧烷和铂催化剂组成，并添加有式 $[CH_2=CH(CH_3)_2Si]_2O$ 的二硅氧烷。

[0006]然而，前述专利参考文献没有示出能在高温下保持其硬度的可固化的有机聚硅氧烷组合物或者可加成固化的有机硅树脂组合物。若固化体在高温下丧失其硬度，则不适合于用作光学材料。例如，当光学透镜位于发光元件附近时，或者当树脂用作密封剂、涂布剂或粘合剂物质并在高强光源下操作时，这种光学元件和试剂可能遭受热变形。

发明概述

[0007]本专利申请的发明人对现有技术的问题的解决方法进行了深入研究，结果实现了本发明的目的，并通过测试下述项目，开发了

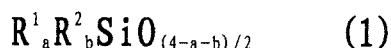
一种本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物：在由至少链烯基组成的有机聚硅氧烷树脂内的苯基和链烯基的含量；前述树脂的重均分子量；在含有苯基的有机氢聚硅氧烷内苯基和与硅键合的氢原子的含量；在含有至少链烯基与苯基且构成反应性稀释剂的有机低聚硅氧烷内苯基和链烯基的含量；和各种前述组分的各种特定比例。

[0008]本发明的目的是提供一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其结合拥有优良的流动性、可模塑性、固化状态下的透明度、高硬度和强度，且能在高温下保持其硬度。本发明另一目的是由通过加成反应固化有机聚硅氧烷获得的固化体构成的光学材料，且其特征在于高的透明度、硬度和强度并结合在高温下保持其硬度的能力。

[0009]本发明提供下述：

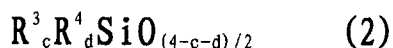
[1]一种可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，其在固化体状态下，在 25℃ 下的硬度为 60 - 100，和在 150℃ 下的硬度为 40 - 100，这根据 ASTM D2240-86 的规定测量，所述组合物包括：

(A) 100 重量份用下述平均组成式表示的有机聚硅氧烷树脂：



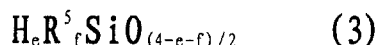
(其中 R^1 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基， R^2 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)，至少 50mol% 的 R^2 由苯基组成；“a”为 0.09 - 0.16，和“b”为 1.00 - 1.20)，所述有机聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成且重均分子量等于或超过 3000，所述重均分子量以聚苯乙烯作为参考并通过凝胶色谱法来测定；

(B) 10 - 50 重量份用下述平均组成式表示的有机低聚硅氧烷：



(其中 R^3 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基， R^4 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)，至少 10mol% 的 R^4 由苯基组成；“c”为 0.60 - 0.80，和“d”为 1.50 - 2.10)，所述有机低聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成；

(C) 20 - 100 重量份用下述平均组成式表示的有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷：



(其中 R^f 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 20mol% 的 R^f 由苯基组成; “e” 为 0.35 - 0.65, 和 “f” 为 0.90 - 1.70); 和

(D) 催化量的加成反应催化剂。

[2] 条目 [1] 中的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物, 其中: 在所述平均组成式 (1) 中, “a” 为 0.10 - 0.15, 和 “b” 为 1.00 - 1.15; 在所述平均组成式 (2) 中, “c” 为 0.60 - 0.80, 和 “d” 为 1.50 - 2.00; 和在所述平均组成式 (3) 中, “e” 为 0.35 - 0.65, 和 “f” 为 1.30 - 1.70。

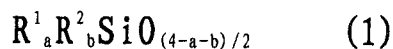
[3] 条目 [1] 或条目 [2] 中的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物, 其中组分 (B) 是用下式表示的有机低聚硅氧烷:



(其中 R^7 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基, R^8 各自独立地可表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 10mol% 的 R^8 由苯基组成; 和 “g” 为 2 或 3), 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成。

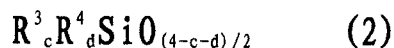
[4] 一种光学材料, 其包括通过借助加成反应固化下述组分获得的固化体:

(A) 100 重量份用下述平均组成式表示的有机聚硅氧烷树脂:



(其中 R^1 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基, R^2 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 50mol% 的 R^2 由苯基组成; “a” 为 0.09 - 0.16, 和 “b” 为 1.00 - 1.20), 所述有机聚硅氧烷树脂由至少链烯基和苯基组成且重均分子量等于或超过 3000, 所述重均分子量以聚苯乙烯作为参考并通过凝胶色谱法来测定;

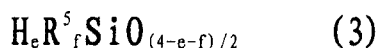
(B) 10 - 50 重量份用下述平均组成式表示的有机低聚硅氧烷:



(其中 R^3 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基, R^4 表示取代或未取代

的单价烃基(链烯基除外),至少 10mol%的 R^4 由苯基组成;“c”为 0.60 - 0.80, 和“d”为 1.50 - 2.10), 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成;

(C) 20 - 100 重量份用下述平均组成式表示的有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷:



(其中 R^5 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 20mol%的 R^5 由苯基组成;“e”为 0.35 - 0.65, 和“f”为 0.90 - 1.70); 所述固化体在 25℃下的硬度为 60 - 100, 和在 150℃下的硬度为 40 - 100, 这根据 ASTM D2240-86 的规定测量。

[5]根据条目[4]的光学材料, 其中在所述平均组成式(1)中, “a”为 0.10 - 0.15, 和“b”为 1.00 - 1.15; 其中在所述平均组成式(2)中, “c”为 0.60 - 0.80, 和“d”为 1.50 - 2.00; 和其中在所述平均组成式(3)中, “e”为 0.35 - 0.65, 和“f”为 1.30 - 1.70。

[6]根据条目[4]或条目[5]的光学材料, 其中组分(B)是用下式表示的有机低聚硅氧烷:



(其中 R^7 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基, R^8 各自独立地可表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 10mol%的 R^8 由苯基组成; 和“g”为 2 或 3), 所述有机低聚硅氧烷由至少链烯基和苯基组成。

[0010]如上所述, 本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物结合拥有优良的流动性、可模塑性、固化状态下的透明度、高硬度和强度, 且能在高温下保持其硬度。换句话说, 由本发明组合物获得的固化体在高温下具有几乎与室温下相同的硬度。此外。由通过加成反应固化有机聚硅氧烷获得的固化体构成的光学材料具有高的透明度、硬度和强度并结合在高温下保持其硬度的能力。

实施本发明的最佳模式

[0011]组分(A)是用前述平均组成式(1) $R_a^1 R_b^2 SiO_{(4-a-b)/2}$ 表示且含有

至少链烯基和苯基的有机聚硅氧烷树脂，它是本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物的主要组分之一。在组分(D)的催化作用下，前述链烯基参与加成反应并同组分(C)中与硅键合的氢原子交联，形成固化体。

[0012]在前述式(1)中， R^1 表示具有2-10个碳原子的链烯基，且可用下述作为代表：乙烯基、烯丙基、丁烯基、己烯基和癸烯基，其中优选乙烯基，因为它们具有较好的加成反应性且比较容易形成前述有机聚硅氧烷。 R^2 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)，且可用下述作为代表：甲基、乙基、丙基、环己基或类似的烷基；甲苯基、萘基或类似的芳基；3-氯丙基、3,3,3-三氟丙基、2-(九氟丙基)乙基或类似的卤代烷基；乙基苄基、1-苯乙基或类似的芳烷基。在这些当中，最优选单独的苯基或其与甲基的结合。为了提供具有高透明度、强度和硬度的固化体，在一个分子中，至少50mol%的所有 R^2 应当由苯基组成，同时其余可以是烷基。

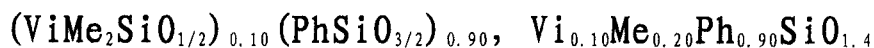
[0013]在上式中，“a”表示以组分(A)中的每一个硅原子计链烯基的平均数，它应当为0.09-0.16，优选0.10-0.15，“b”表示以组分(A)中的每一个硅原子计取代或未取代的烃基(链烯基除外)的平均数，它应当为1.00-1.20。在“a”和“b”超出上述范围的情况下，难以提供具有所需特性的本发明固化体。

[0014]为了提供高硬度的固化体，其重均分子量(使用标准聚苯乙烯作为参考)应当等于或大于3,000，这通过凝胶渗透色谱法来测量。在25℃的温度下，本发明的该组分是固体或粘稠的液体状态。当它是液体时，其粘度通常超过10Pa·s。这一组分通常具有支化、网状或三维的结构。

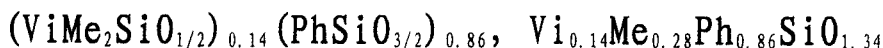
[0015]形成前述组分(A)的硅氧烷单元可例举 $ViMe_2SiO_{1/2}$ 单元、 $ViMePhSiO_{1/2}$ 单元、 Me_3SiO 单元、 $Me_2SiO_{2/2}$ 单元、 $ViMeSiO_{2/2}$ 单元、 $PhSiO_{3/2}$ 单元、 $MeSiO_{3/2}$ 单元和 $ViSiO_{3/2}$ 单元，其中在此处和下文中，Me表示甲基，Vi表示乙烯基，和Ph表示苯基。

[0016]组分(A)的具体实例是通过以下给出的硅氧烷单元式和平

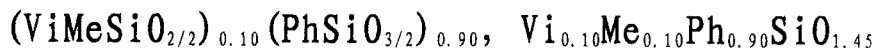
均组成式表示且含有至少链烯基与苯基的有机聚硅氧烷树脂；硅氧烷单元式是指对于当一个分子中所有硅氧烷单元构成 1mol 时的情况来说的各种硅氧烷单元的摩尔数：



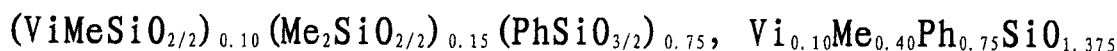
$$a=0.10, b=1.10, \text{Ph}/R^2(\text{mol}\%)=74, \text{Mw}=4300;$$



$$a=0.14, b=1.14, \text{Ph}/R^2(\text{mol}\%)=67, \text{Mw}=3200;$$



$$a=0.10, b=1.00, \text{Ph}/R^2(\text{mol}\%)=82, \text{Mw}=8700;$$



$$a=0.10, b=1.15, \text{Ph}/R^2(\text{mol}\%)=60, \text{Mw}=7200;$$

其中 R^2 是 Me 和 Ph 的总摩尔量，和 Mw 是通过凝胶渗透色谱法测定的重均分子量(使用标准聚苯乙烯作为参考)。

[0017]用前述平均组成式 $(2) R^3_c R^4_d \text{SiO}_{(4-c-d)/2}$ 表示的组分(B)是一种有机低聚硅氧烷，它是在本发明固化体中获得所需特性所要求的一种必不可少的组分。它由至少链烯基与苯基组成。在本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物中，这一组分用于降低组合物的粘度并改进可模塑性和流动性。

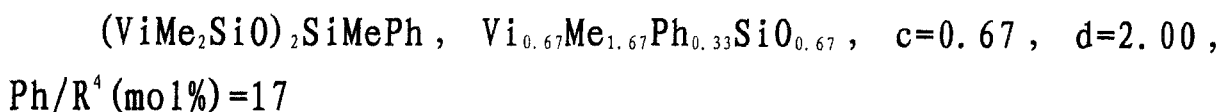
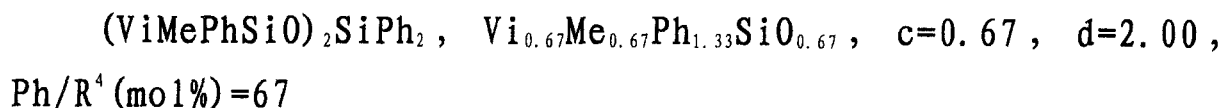
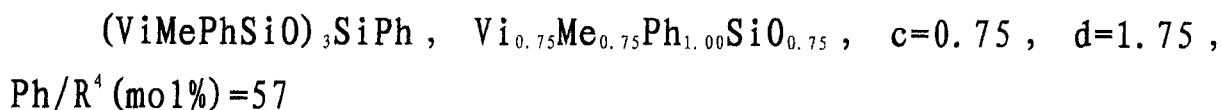
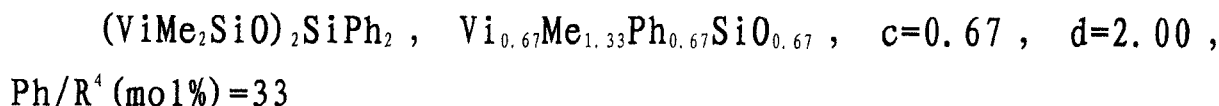
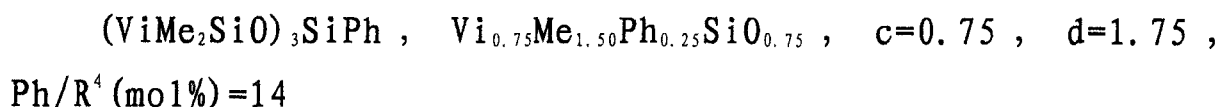
在平均组成式(2)中， R^3 表示具有 2-10 个碳原子的链烯基，它可与以上对于 R^1 所列举的前述基团相同；和 R^4 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)，它可与以上对于 R^2 所列举的前述基团相同。至少 10mol% 的 R^4 应当由苯基组成，同时其余可以是烷基。优选 R^4 由苯基单独组成，或者由苯基与甲基的结合组成。这是改进组合物中组分(A)和(C)之间亲和力以及改进固化体的耐热性和透明度所要求的。

[0018]在式(2)中，“c”表示以组分(B)中的每一个硅原子计链烯基的平均数，它应当为 0.60-0.80，和“d”表示以组分(B)中的每一

个硅原子计取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)的平均数,它应当为 1.50 - 2.10, 优选 1.50 - 2.00。

[0019]组分(B)也可由下式 $(R^7R^8_2SiO)_gSiR^{8(4-g)}$ 的链烯基官能的有机低聚硅氧烷组成, 其中 R^7 表示具有 2 - 10 个碳原子的链烯基。这些基团可与以上对于 R^3 所列举的那些基团相同。优选使用乙烯基。在上式中, R^8 各自独立地可表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)。这些基团可与以上对于 R^4 所列举的那些基团相同。关于这一点, 优选使用单独的苯基或其与甲基的结合; “g” 为 2 或 3。为了能溶解固体组分(A)或者降低在室温下高度粘稠的液体组分(A)的粘度, 组分(B)本身应当在室温下为液体且在 25℃ 下的粘度低于 10Pa.s, 优选为 1mPa.s - 100mPa.s。

[0020]组分(B)的具体实例是通过下述硅氧烷单元式和平均组成式表示的甲基苯基乙烯基低聚硅氧烷:

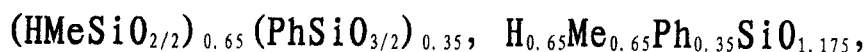
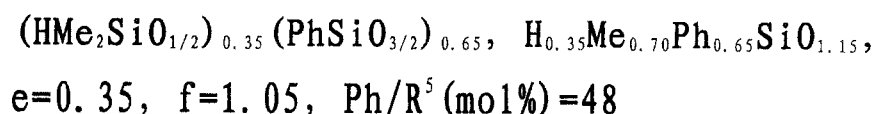
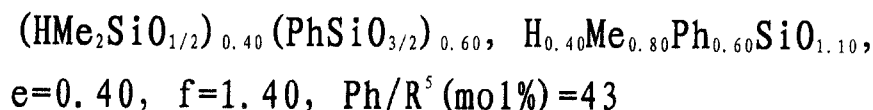
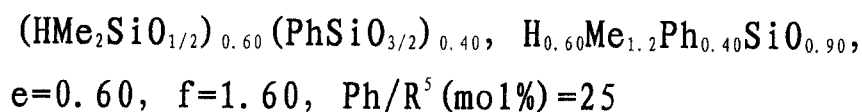
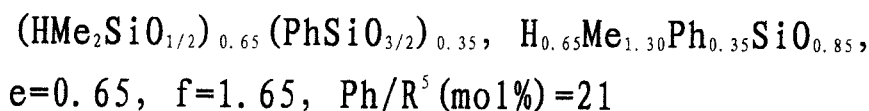


其中 R^4 是 Me 和 Ph 的总摩尔量。可结合使用两种或多种不同的组分(B)。

[0021]用平均组成式 $(3) \text{H}_e \text{R}^f \text{SiO}_{(4-e-f)/2}$ 表示的组分(C)由有机氢低聚硅氧烷或有机氢聚硅氧烷组成。这一组分中与硅键合的氢原子参与同组分(A)中与硅键合的链烯基的加成反应。更具体地说,组分(C)促进组分(A)的氢化硅烷化反应和交联。此外,它的与硅键合的氢原子也参与同组分(B)中与硅键合的链烯基的加成反应。

[0022]在平均组成式(3)中, H表示氢原子, R^f 表示取代或未取代的单价烃基(链烯基除外), 至少 20mol%的 R^f 由苯基组成。 R^f 可与以上对于 R^2 所列举的那些基团相同, 且优选应当是单独苯基或其与甲基的结合。在式(3)中, “e”表示以组分(C)中的每一个硅原子计与硅键合的氢原子的数量, 它应当为 0.35 – 0.65; “f”表示以组分(C)中的每一个硅原子计取代或未取代的单价烃基(链烯基除外)的平均数, 它应当为 0.90 – 1.70, 优选 1.30 – 1.70。在 25℃下, 组分(C)可以是固体或液体, 但优选液体形式, 因为它有助于组合物的制备。这一组分的粘度不应当超过 100Pa.s, 和优选应当在 1 – 1,000mPa.s 范围内。

[0023]组分(C)的具体实例是通过下述硅氧烷单元式和平均组成式表示的甲基苯基氢低聚硅氧烷或甲基苯基氢聚硅氧烷:



$$e=0.65, f=1.00, \text{Ph/R}^5(\text{mol}\%)=35$$

$$(\text{HMe}_2\text{SiO}_{2/2})_{0.50}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.50}, \text{H}_{0.5}\text{Me}_{0.50}\text{Ph}_{0.50}\text{SiO}_{1.25},$$

$$e=0.50, f=1.00, \text{Ph/R}^5(\text{mol}\%)=50$$

$$(\text{HMeSiO}_{2/2})_{0.35}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.65}, \text{H}_{0.35}\text{Me}_{0.35}\text{Ph}_{0.65}\text{SiO}_{1.325},$$

$$e=0.35, f=1.00, \text{Ph/R}^5(\text{mol}\%)=65$$

$$(\text{HMePhSiO}_{1/2})_{0.60}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.40}, \text{H}_{0.60}\text{Me}_{0.60}\text{Ph}_{1.00}\text{SiO}_{0.90},$$

$$e=0.60, f=1.60, \text{Ph/R}^5(\text{mol}\%)=63$$

$$(\text{HMePhSiO}_{1/2})_{0.40}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.60}, \text{H}_{0.4}\text{Me}_{0.40}\text{Ph}_{1.00}\text{SiO}_{1.10},$$

$$e=0.40, f=1.40, \text{Ph/R}^5(\text{mol}\%)=71$$

在这些化学式中， R^5 是 Me 和 Ph 的总量。可结合使用两种或多种不同类型的组分(C)。

[0024] 建议相对于 100 重量份组分(A)，使用用量为 10 - 50 重量份，优选 20 - 100 重量份的组分(B)和(C)。为了给固化体提供高的硬度和物理性能，以组分(A)和(B)中每摩尔链烯基计，应当包含用量为 0.5 - 3mol，优选 0.7 - 2.0mol 的组分(C)中与硅键合的氢原子。

[0025] 组分(D)，即加成反应催化剂是促进组分(A)和(B)中的链烯基与组分(C)中与硅键合的氢原子之间的加成反应，即氢化硅烷化反应的催化剂。组分(D)可用下述为代表：铂黑、二氯化铂、氯铂酸、氯铂酸和一元醇之间的反应产物、氯铂酸与二烯烃的络合物、双(乙基乙酰乙酸)铂、双(乙酰基丙酮酸)铂、氯铂酸和 1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷的络合物或类似的铂类催化剂；铑类催化剂；或其它铂金属族类催化剂。在这些当中，最优选铂类催化剂。应当以所谓的催化量使用前述加成反应催化剂。以金属铂为单位，以组分(A) - (C)的总重量计，催化剂的总量应当为 1 - 500ppm，优选 2 - 100ppm。

[0026]为了延长本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物的储存期，可结合该组合物与在室温下抑制固化的氢化硅烷化反应延迟剂。视需要，组合物也可结合其含量对本发明效果不具有损坏的煅制氧化硅、石英粉末或类似的细粉氧化硅、氧化钛、氧化锌或类似的无机填料、颜料、阻燃剂、耐热剂、氧化抑制剂等。

[0027]可容易地通过混合前述必不可少的组分(A) - (D)，并视需要添加前述任意的组分，从而制备可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由于在混合组分(A) - (D)之后，可甚至在室温下开始固化，因此可通过添加氢化硅烷化反应延迟剂来延长组合物的储存期。视需要，可以以预混状态储存组分(A)、(B)和(D)或者组分(A)、(B)和(C)，并直接在使用之前均匀搅拌。

[0028]可容易地固化通过上述方法制备的本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，形成在 25℃ 下的硬度为 60 - 100，和在 150℃ 下的硬度为 40 - 100 的固化体，这根据 ASTM D2240-86，通过 D 型硬度计测量。相比之下，常规的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物不可能容易地形成以 D 型硬度计的刻度计硬度超过 60 的固化体，且温度增加引起硬度下降。因此，在采用常规的组合物情况下，硬度在 150℃ 下显著下降，且当根据 ASTM D2240-86，通过 D 型硬度计测量时变为小于 40，或者在硬度测量过程中固化体劣化，结果实际上不可能获得测量结果。与此相反，由本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物获得的固化体的硬度为 40 - 100，通常介于 40 至 60，这根据 ASTM D2240-86，通过 D 型硬度计测量。ASTM D2240-86 对应于规定塑料的肖氏硬度的测试方法的 JIS K 7215-1986。

[0029]若本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物在室温为液体的话，则对这一组合物的粘度没有特别限制。然而，为了提供适合于固化的可模塑性和流动性，建议在 25℃ 下的粘度低于 5,000Pa.s，优选介于 10 至 1000Pa.s。可通过在室温下保持来逐渐固化本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物，或者可通过加热来快速固化。通过挤出、压缩、铸塑、施涂涂层等，以所需的形式获

得固化体。该组合物可单独固化或者与另一材料接触时固化，以便形成具有前述另一材料的完整物体。

[0030] 固化时间和温度可以变化。一般来说，在 100°C - 200°C 的温度下，固化的持续时间可以是 1 秒 - 30 分钟。在固化之后直接在 150°C - 200°C 下对该固化体进行二次固化(后固化)10 分钟到 2 小时，这是除去包含在固化体内的小量到微量形式的挥发性组分可能要求的。

[0031] 本发明的光学材料包括借助加成反应，通过固化 100 重量份组分(A)、10 - 50 重量份组分(B)和 20 - 100 重量份组分(C)获得的固化体；所述固化体在 25°C 下的硬度为 60 - 100，和在 150°C 下的硬度为 40 - 100，这根据 ASTM D2240-86 的规定测量。

本发明的光学材料是可透可见光、红外射线、紫外射线、近红外射线、X-射线、激光射线等的材料。这些光学材料可以是光学透镜、棱镜、光导板、偏振板、光波导、片材、薄膜或预定形状类似物体；模塑剂、密封剂、涂布剂或形状不确定的其它物体。这些材料特别有利地用于在比室温高的温度，例如 50°C - 200°C 下操作的光学部件和元件，以及用作与高光强的光源直接接触或者在高光强的光源附近操作的光学部件。

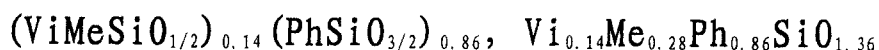
实施例

[0032] 参考合成、实践和对比实施例，进一步更具体地描述本发明。然而，应当理解，这些实施例不限制本发明的实际应用的范围。通过 E 型旋转粘度计，在 25°C 下，测量在实施例中提及的所有粘度。通过将所制备的组合物倾倒入 100mm 长、10mm 宽和 4mm 深的模具内，通过在 170°C 下加热固化组合物 15 分钟，并在从模具中取出之后在 200°C 下经 30 分钟后固化 2 次，从而生产固化体样品。根据 ASTM D2240-86，借助 D 型硬度计，在 25°C 下，在空气中测量硬度。在 150°C 的热板上，同样使用 D 型硬度计并根据 ASTM D2240-86，测量在 150°C 下的硬度。在随后的实践和对比实施例中，“根据 ASTM D2240-86 的 D 型肖氏硬度”仅仅称为“肖氏硬度”。通过将前述固化体样品插入到石英池内，用甲苯填充该空间，并使用自动分光光度计测量透射光谱，从而测量

在 400nm 和 600nm 下的透光率。金属铂的含量用 wt% 表示。

[0033] 合成实施例 1

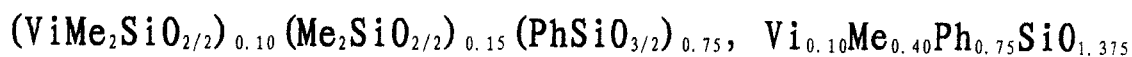
用 42.8g 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、150g 水、0.41g 三氟甲磺酸和 500g 甲苯填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分，然后在 1 小时期间，在搅拌混合物条件下逐滴添加 560g 苯基三甲氧基硅烷。当加完时，温度升高到 75℃，并在搅拌混合物的时候，进行回流。冷却产物，分离下层，并用水 3 次洗涤甲苯溶液上层。结合洗涤过的甲苯溶液层与 0.40g 氢氧化钾，并在通过分水管除去水的同时进行回流。当完成除水时，冷凝产物到 75% 固体的浓度，并反复回流额外 5 小时。一旦完成回流，结合该产物与 0.47g 乙酸，中和并过滤。真空浓缩所得甲苯溶液，于是生产 395g 特征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的固体甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂：



采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子量等于 3030。

[0034] 合成实施例 2

用 100g 甲苯、50g 水和 50g 异丙醇填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分、搅拌并与在 1 小时期间内逐滴添加的 14.11g 甲基乙烯基二氯硅烷、19.37g 二甲基二氯硅烷和 158.7g 苯基三氯硅烷的混合物结合。当加完时，在室温下搅拌混合物 1 小时。分离下层，和用水 3 次洗涤甲苯溶液上层。结合洗涤过的甲苯溶液层和 0.12g 氢氧化钾，并在通过分水管除去水的同时进行回流。当完成除水时，冷凝产物到 70% 固体的浓度，并反复回流额外 5 小时。冷却产物，与 0.33g 二甲基二氯硅烷结合，中和并过滤。真空浓缩所得上层甲苯溶液，于是生产 115g 征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的固体甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂：

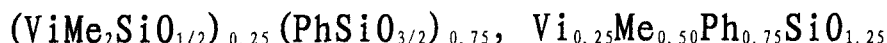


采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子

量等于 7200。

[0035]合成实施例 3

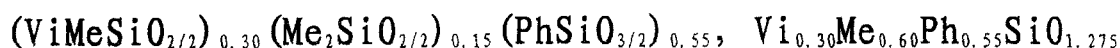
用 82.2g 1, 3-二乙烯基-1, 1, 3, 3-四甲基二硅氧烷、143g 水、0.38g 三氟甲磺酸和 500g 甲苯填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。搅拌各组分，然后在 1 小时期间，在搅拌混合物条件下逐滴添加 524.7g 苯基三甲氧基硅烷。当加完时，在加热下进行 1 小时回流。冷却产物，分离下层，并用水 3 次洗涤甲苯溶液上层。结合洗涤过的甲苯溶液层与 0.40g 氢氧化钾，并在通过分水管除去水的同时进行回流。当完成除水时，冷凝产物到 75% 固体的浓度，并反复回流额外 5 小时。冷却产物，结合该产物与 0.47g 乙酸，中和并过滤。真空浓缩所得上层甲苯溶液，于是生产 420g 特征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的固体甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂：



采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子量等于 2300。

[0036]合成实施例 4

用 200g 甲苯、500g 水填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。在搅拌条件下，结合各组分与在 1 小时期间内逐滴添加的 54.0g 苯基三氯硅烷、24.7g 二甲基二氯硅烷和 148.4g 甲基乙烯基二氯硅烷的混合物。当加完时，回流混合物 2 小时，并冷却到室温。除去水层，并用水 4 次洗涤甲苯溶液层。过滤洗涤过的甲苯溶液层，真空蒸馏滤液，于是除去甲苯。所得量为 125g 的产物由特征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的半固体甲基苯基乙烯基聚硅氧烷树脂组成：

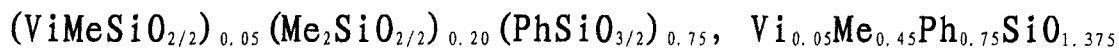


采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子量等于 2700。

[0037]合成实施例 5

用 100g 甲苯、50g 水和 50g 异丙醇填充配有搅拌器、回流冷凝器、

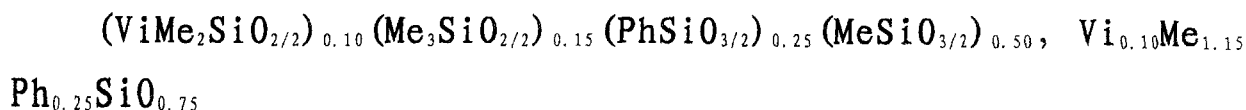
装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分并与在 1 小时期间内在搅拌条件下逐滴添加的 7.06g 甲基乙基二氯硅烷、25.8g 二甲基二氯硅烷和 158.7g 苯基三氯硅烷的混合物结合。当加完时，在室温下搅拌混合物 1 小时。分离下层，和用水 3 次洗涤甲苯溶液上层。结合洗涤过的甲苯溶液层和 0.12g 氢氧化钾，并在通过分水管除去水的同时进行回流。当完成除水时，冷凝产物到 70% 固体的浓度，并反复回流额外 5 小时。冷却产物，与 0.33g 二甲基二氯硅烷结合，中和并过滤。真空浓缩所得甲苯溶液，于是生产 109g 特征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的固体甲基苯基乙基聚硅氧烷树脂：



采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子量等于 7100。

[0038] 合成实施例 6

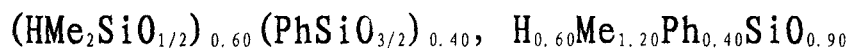
用 18.8g 1,3-二乙基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、14.6g 六甲基二氯硅烷、81.9g 水、0.19g 三氟甲磺酸和 200g 甲苯填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分，然后在 1 小时期间内，在搅拌条件下逐滴添加 138.6g 甲基三甲氧基硅烷和 100.1g 苯基三甲氧基硅烷的混合物。当加完时，在加热下进行 1 小时回流。冷却产物，分离下层，并用水 3 次洗涤甲苯溶液上层。结合洗涤过的甲苯溶液层与 0.2g 氢氧化钾，并在通过分水管除去水的同时进行回流。当完成除水时，冷凝产物到 50% 固体的浓度，并反复回流额外 5 小时。冷却产物，结合该产物与 0.47g 乙酸，中和并过滤。真空浓缩所得甲苯溶液，于是生产 187g 特征在于以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的固体甲基苯基乙基聚硅氧烷树脂：



采用聚苯乙烯作为标准物，通过凝胶渗透色谱法测量的重均分子量等于 4200。

[0039] 合成实施例 7

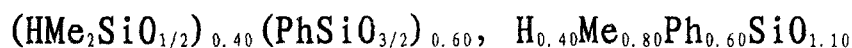
用 194.6g 苯基三甲氧基硅烷和 0.22g 三氟甲磺酸填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分，然后在搅拌条件下结合在 15 分钟期间内逐滴添加的 13.3g 水。当加完时，在加热下回流混合物 1 小时，并冷却到室温。结合该混合物与 118.6g 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷，然后在 30 分钟期间内逐滴添加 88.4g 乙酸，同时搅拌混合物。一旦加完，在继续搅拌下加热混合物到 50℃，并进行反应 3 小时。冷却反应产物到室温，并与甲苯和水结合，彻底混合，静置，然后分离水层。用水 3 次洗涤甲苯溶液上层并真空冷凝。量为 220g 的所得产物由以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的甲基苯基氢低聚硅氧烷组成：



产物粘度为 0.25Pa.s。

[0040]合成实施例 8

用 302.8g 苯基三甲氧基硅烷和 0.27g 三氟甲磺酸填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分，然后在搅拌条件下结合在 15 分钟期间内逐滴添加的 32.1g 水。当加完时，在加热下回流混合物 1 小时，并冷却到室温。结合该混合物与 82.0g 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷，然后在 30 分钟期间内逐滴添加 61.1g 乙酸，同时搅拌混合物。一旦加完，在继续搅拌下加热混合物到 50℃，并进行反应 3 小时。冷却反应产物到室温，并与甲苯和水结合，彻底混合，静置，然后分离水层。用水 3 次洗涤甲苯溶液上层并真空冷凝。量为 260g 的所得产物由以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的甲基苯基氢低聚硅氧烷组成：

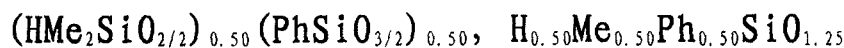


产物粘度为 9.8Pa.s。

[0041]合成实施例 9

用 144g 1,3,5,7-四甲基环四硅氧烷、130g 水和 0.38g 三氟甲磺酸填充配有搅拌器、回流冷凝器、装料口和温度计的四颈烧瓶。混合各组分，然后在搅拌条件下结合在 15 分钟期间内逐滴添加的 476g 苯

基三甲氧基硅烷。当加完时，在室温下搅拌混合物 3 小时，并与 750g 甲苯、100g 水结合，彻底搅拌，静置，然后分离水层。用水 3 次洗涤甲苯溶液上层并真空冷凝。量为 465g 的所得产物由以下给出的硅氧烷单元式和平均组成式的甲基苯基氢低聚硅氧烷组成：



产物粘度为 2.2Pa. s。

[0042] 实践实施例 1

由下述组分制备均匀的混合物：100 重量份由合成实施例 1 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷；17.8 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲基硅烷氧基)硅烷；30 重量份由合成实施例 7 获得的甲基苯基氢低聚硅氧烷；0.015 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.30 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 1.040Pa. s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 70，和在 150℃ 下的肖氏硬度为 43。对于 400nm 的光来说，通过固化体的透光率为 99.1%，和对于 600nm 的光来说为 97.9%。

[0043] 实践实施例 2

由下述组分制备均匀的混合物：100 重量份由合成实施例 2 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷；19.7 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲基硅烷氧基)硅烷；31.6 重量份由合成实施例 7 获得的甲基苯基氢低聚硅氧烷；0.015 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.30 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 1.100Pa. s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 72，和在 150℃ 下的肖氏硬度为 56。对于 400nm 的光来说，通过固化体的透光率为 99.3%，和对于 600nm 的光来说为 98.2%。

[0044] 实践实施例 3

由下述组分制备均匀的混合物：100 重量份由合成实施例 2 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷；11.1 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷；22.2 重量份苯基三(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷；88.0 重量份由合成实施例 8 获得的甲基苯基氢聚硅氧烷；0.022 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.33 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 12Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 68, 和在 150℃ 下的肖氏硬度为 48。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 98.8%, 和对于 600nm 的光来说为 97.5%。

[0045] 实践实施例 4

由下述组分制备均匀的混合物：100 重量份由合成实施例 2 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷；11.1 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷；22.2 重量份苯基三(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷；85.0 重量份由合成实施例 9 获得的甲基苯基氢聚硅氧烷；0.022 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.11 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 15Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 72, 和在 150℃ 下的肖氏硬度为 53。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 99.2%, 和对于 600nm 的光来说为 97.8%。

[0046] 对比例 1

由下述组分制备均匀的混合物：100 重量份由合成实施例 3 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷；22.5 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷；90.1 重量份由合成实施例 8 获得的甲基苯基氢聚硅氧烷；0.022 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.22 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 4.8Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃

下的肖氏硬度为 68, 和在 150℃下的肖氏硬度为 32。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 99.0%, 和对于 600nm 的光来说为 97.5%。

[0047] 对比例 2

由下述组分制备均匀的混合物: 100 重量份由合成实施例 4 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷; 51.1 重量份由合成实施例 7 获得具有与硅键合的氢原子的甲基苯基氢低聚硅氧烷; 0.015 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.30 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 32Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃下的肖氏硬度为 72, 和在 150℃下的肖氏硬度为 30。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 99.3%, 和对于 600nm 的光来说为 96.3%。

[0048] 对比例 3

由下述组分制备均匀的混合物: 100 重量份由合成实施例 2 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷; 16.5 重量份苯基三(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷; 29.5 重量份苯基三(氢二甲基甲硅烷氧基)硅烷; 0.018 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.29 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 16Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃下的肖氏硬度为 70, 和在 150℃下的肖氏硬度为 35。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 98.5%, 和对于 600nm 的光来说为 97%。

[0049] 对比例 4

由下述组分制备均匀的混合物: 100 重量份由合成实施例 5 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷; 40 重量份二苯基双(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷; 69.5 重量份由合成实施例 8 获得的甲基苯基氢聚硅氧烷; 0.021 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.21 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 0.24Pa.s 的可加成

固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 52, 和在 150℃ 下的肖氏硬度低于 20。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 99.0%, 和对于 600nm 的光来说为 98.2%。

[0050] 对比例 5

由下述组分制备均匀的混合物: 100 重量份由合成实施例 6 获得的甲基苯基乙烯基聚硅氧烷; 12.3 重量份苯基三(二甲基乙烯基甲硅烷氧基)硅烷; 23.6 重量份粘度为 25Pa.s 且由下述硅氧烷单元式 $(\text{HMe}_2\text{SiO}_{2/2})_{0.40}(\text{SiO}_{4/2})_{0.40}$ 表示的甲基低聚硅氧烷; 0.014 重量份 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷铂络合物的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(具有 5% 含量的金属铂)和 0.14 重量份 1-乙炔基环己醇。结果制备粘度为 2.7Pa.s 的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物。由该组合物获得的固化体在 25℃ 下的肖氏硬度为 66, 和在 150℃ 下的肖氏硬度低于 20。对于 400nm 的光来说, 通过固化体的透光率为 98.5%, 和对于 600nm 的光来说为 97.2%。

[0051] 以下给出的表 1 示出了下述项目: 在组分(A)中的平均组成式(1)中的数值“a”、“b”以及 R^2 内苯基的 mol%(简称为 Ph%); 在组分(B)中的平均组成式(2)中的数值“c”、“d”以及 R^4 内苯基的 mol%(简称为 Ph%); 在组分(C)中的平均组成式(3)中的数值“e”、“f”以及 R^5 内苯基的 mol%; 和参考作为标准物的聚苯乙烯通过凝胶色谱法测量的组分(A)的重均分子量(简称为 Mw)。在括号内给出了在本发明权利要求范围以外的对比例的数值。

[0052]表 1

	组分(A)				组分(B)			组分(C)		
	a	b	Ph%	Mw	c	d	Ph%	e	f	Ph%
实践实施例 1	0.15	1.15	74	3030	0.67	2.00	33	0.60	1.60	25
实践实施例 2	0.10	1.15	65	7200	0.67	2.00	33	0.60	1.60	25
实践实施例 3	0.10	1.15	65	7200	0.50	1.83	20	0.40	1.40	43
实践实施例 4	0.10	1.15	65	7200	0.50	1.83	20	0.50	1.00	50
对比例 1	(0.25)	1.25	60	(2300)	0.67	2.00	33	0.40	1.40	43
对比例 2	(0.30)	1.15	48	(2700)	-	-	-	0.60	1.60	25
对比例 3	0.10	1.15	65	7200	0.75	1.75	14	(0.75)	(1.75)	(14)
对比例 4	(0.05)	1.15	65	7100	0.67	2.00	33	0.40	1.40	43
对比例 5	0.10	(1.40)	(18)	4200	0.75	1.75	14	0.50	(1.00)	(0)

[0053]表 2 示出了固化体中组分(A)、(B)和(C)之比以及肖氏硬度。在括号内给出了在本发明权利要求范围以外的对比例的数值。

表 2

	含量			粘度 Pa. s	肖氏硬度	
	(A)	(B)	(C)		25℃	150℃
实践实施例 1	100	17.8	30.0	1040	70	43
实践实施例 2	100	19.7	31.6	1100	72	56
实践实施例 3	100	33.3	88.0	12	68	48
实践实施例 4	100	33.3	85.0	15	72	53
对比例 1	100	22.5	90.1	4.8	68	(32)
对比例 2	100	(0)	51.1	32	72	(30)
对比例 3	100	16.5	29.5	16	70	(35)
对比例 4	100	40	69.5	24	(52)	(20)
对比例 5	100	12.3	23.6	2.7	66	(20)

[0054]本发明的可加成固化的有机聚硅氧烷树脂组合物拥有优良的流动性、可模塑性并结合固化状态下的透明度、高硬度和强度，且能在高温下保持其硬度。因此，它适合于制备光学材料，例如用于透可见光、红外射线、紫外射线、近红外射线、X-射线、激光射线等的材料。这些材料特别有利地用于在比室温高的温度，例如在 50-200℃下操作的光学部件和元件，以及用于与高光强的光源直接接触或在

其附近操作的光学部件。由于本发明的光学材料高的透明度、硬度和强度，且在高温下不丧失其硬度，因此它们可用于发光显示器、灯类照明器件、在高温下操作的光学仪器、元件和光通信体系的器件等。