



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112759934 A

(43) 申请公布日 2021.05.07

(21) 申请号 202011617150.9 *C08K 5/5435* (2006.01)
(22) 申请日 2020.12.30 *C08K 5/544* (2006.01)
(71) 申请人 广州市白云化工实业有限公司 *C08K 13/04* (2006.01)
地址 510405 广东省广州市白云区广州民 *C08K 7/26* (2006.01)
营科技园云安路1号
(72) 发明人 曾容
(74) 专利代理机构 广州华进联合专利商标代理
有限公司 44224
代理人 杜寒宇
(51) Int. Cl.
C08L 83/04 (2006.01)
C08K 13/02 (2006.01)
C08K 3/26 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)
C08K 5/5465 (2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,涉及高分子聚合物的技术领域。以重量份计,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料包括:有机聚硅氧烷聚合物80-100份;增塑剂0-20份;填料5-30份;交联剂5-15份;偶联剂1-5份;所述交联剂的制备方法包括以下步骤:混合硅酸酯、丁酮脲和溶剂,加热回流反应。通过对交联剂的处理,改善了交联剂的活性,可省略添加有机锡类或金属盐类催化剂,达到基本相似的力学性能,同时,也避免出现返原现象,在受热密闭环境中,可保持较好的力学强度和硬度。

1. 一种脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,以重量份计,其制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物 80-100 份;

增塑剂 0-20 份;

填料 5-30 份;

交联剂 5-15 份;

偶联剂 1-5 份;

所述交联剂的制备方法包括以下步骤:

混合硅酸酯、丁酮脲和溶剂,加热回流反应。

2. 根据权利要求1所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述加热回流反应的反应温度为140°C-180°C,反应时间为15h-25h。

3. 根据权利要求2所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述硅酸酯与丁酮脲的重量比为50:(110-150)。

4. 根据权利要求3所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述硅酸酯选自硅酸甲酯和/或硅酸乙酯。

5. 根据权利要求1所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述溶剂为甲苯。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述有机聚硅氧烷聚合物为羟基封端的聚二甲基硅氧烷;和/或,

所述增塑剂为硅油;和/或,

所述填料选自纳米碳酸钙和/或气相法白炭黑;和/或,

所述偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷、环氧环己基甲基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基三乙氧基硅烷、氯丙基三甲氧基硅烷、氯丙基三乙氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三乙氧基硅烷、 γ -氨丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨丙基三乙氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷、苯氨基甲基三甲氧基硅烷、苯氨基甲基三乙氧基硅烷、二乙烯基三胺基丙基三甲氧基硅烷和二乙烯基三胺基丙基三乙氧基硅烷中的至少两种。

7. 根据权利要求1-5任一项所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料还包括阻燃剂。

8. 根据权利要求7所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在于,以重量份计,其制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物	80-100 份；
增塑剂	0-20 份；
填料	5-30 份；
交联剂	5-15 份；
偶联剂	1-5 份；
阻燃剂	40-80 份。

9. 根据权利要求8所述的脱脲型室温硫化硅橡胶,其特征在於,所述阻燃剂选自三氧化二锑和/或氢氧化铝。

10. 一种权利要求1-9任一项所述的脱脲型室温硫化硅橡胶的制备方法,其特征在於,包括以下步骤:

混合有机聚硅氧烷聚合物和增塑剂,捏合制备基料;
混合所述基料、填料、交联剂和偶联剂,搅拌。

脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高分子聚合物的技术领域,特别涉及脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法。

背景技术

[0002] 脱脲型RTV硅橡胶(脱脲型室温硫化硅橡胶)是当前国内有机硅市场发展最快的一类产品之一,它的主要特点是:在室温下,具有优于醇型硅酮密封胶的固化速度,且施工便捷。因此,脱脲型RTV硅橡胶在土木建筑、电子电器、车辆运输、飞机船舶、机械、化工、轻工等领域获得广泛应用。

[0003] 虽然脱脲型RTV硅橡胶已经取得了很大的发展,但仍存在一些亟待解决的缺陷问题,例如:为了保证室温下脱脲型硅橡胶能够及时有效的进行良好的交联固化,从而达到应用要求的力学性能,市场上的脱脲型RTV硅橡胶中通常需要加入有机锡类或金属盐类催化剂,然而这类催化剂的加入,会导致在受热的密闭环境下,硅橡胶中聚合物Si-O链段发生断裂降解,使硅橡胶软化,甚至变成液态,即出现受热返原现象,而返原现象的出现,会导致硅橡胶的力学强度和硬度显著下降,这一问题限制了脱脲型RTV硅橡胶的进一步应用。

发明内容

[0004] 基于此,本发明提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶,通过对交联剂的处理,改善了交联剂的活性,可省略添加有机锡类或金属盐类催化剂,达到基本相似的力学性能,同时,也避免出现返原现象,在受热密闭环境中,可保持较好的力学强度和硬度。

[0005] 以重量份计,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物 80-100 份;

增塑剂 0-20 份;

[0006] 填料 5-30 份;

交联剂 5-15 份;

偶联剂 1-5 份;

[0007] 所述交联剂的制备方法包括以下步骤:

[0008] 混合硅酸酯、丁酮脲和溶剂,加热回流反应。

[0009] 在其中一个优选的实施例中,所述加热回流反应的反应温度为140℃-180℃,反应时间为15h-25h。

[0010] 在其中一个优选的实施例中,所述硅酸酯与丁酮脲的重量比为50:(110-150)。

[0011] 在其中一个优选的实施例中,所述硅酸酯选自硅酸甲酯和/或硅酸乙酯。

[0012] 在其中一个优选的实施例中,所述溶剂为甲苯。

[0013] 在其中一个优选的实施例中,所述有机聚硅氧烷聚合物为羟基封端的聚二甲甲基硅氧烷。

[0014] 在其中一个优选的实施例中,所述增塑剂为硅油。

[0015] 在其中一个优选的实施例中,所述填料选自纳米碳酸钙和/或气相法白炭黑。

[0016] 在其中一个优选的实施例中,所述偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷、环氧环己基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基三乙氧基硅烷、氯丙基三甲氧基硅烷、氯丙基三乙氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三乙氧基硅烷、 γ -氨丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨丙基三乙氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷、苯氨基三甲氧基硅烷、苯氨基甲基三乙氧基硅烷、二乙烯基三胺基丙基三甲氧基硅烷和二乙烯基三胺基丙基三乙氧基硅烷中的至少两种。

[0017] 在其中一个优选的实施例中,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料还包括阻燃剂。

[0018] 在其中一个优选的实施例中,以重量份计,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物 80-100 份;

增塑剂 0-20 份;

填料 5-30 份;

[0019]

交联剂 5-15 份;

偶联剂 1-5 份;

阻燃剂 40-80 份。

[0020] 在其中一个优选的实施例中,所述阻燃剂选自三氧化二锑和/或氢氧化铝。

[0021] 本发明还提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶的制备方法。

[0022] 所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备方法包括以下步骤:

[0023] 混合有机聚硅氧烷聚合物和增塑剂,捏合制备基料;

[0024] 混合所述基料、填料、交联剂和偶联剂,搅拌。

[0025] 与现有方案相比,本发明具有以下有益效果:

[0026] 本发明以硅酸酯和丁酮脲的加热回流反应后的混合物作为交联剂,发现其具有较高的交联活性,可以省略有机锡类或金属盐类催化剂的加入,并达到与加入这类催化剂基本相似的力学性能,避免了硅橡胶在受热密闭环境中,因为这类催化剂的作用,导致聚合物 Si-O 链段发生断裂降解,进而出现硅橡胶的软化,甚至是液化,出现返原现象。所得到的脱脲型室温硫化硅橡胶具有良好的抗返原性,可以避免建筑、汽车、电子电器等应用中,遇到受热密闭环境时,硅橡胶出现软化、力学性能下降的现象。

[0027] 进一步地,本发明所述的脱脲型室温硫化硅橡胶还可以加入阻燃剂,制备阻燃型室温硫化硅橡胶,上述交联剂同样具有较高的活性。

具体实施方式

[0028] 以下结合具体实施例对本发明作进一步详细的说明。本发明可以以许多不同的形式来实现,并不限于本文所描述的实施方式。相反地,提供这些实施方式的目的是使对本发明公开内容理解更加透彻全面。

[0029] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的,不是旨在于限制本发明。本文所使用的术语“和/或”包括一个或多个相关的所列项目的任意的和所有的组合。

[0030] 一种脱肟型室温硫化硅橡胶,以重量份计,其制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物 80-100 份;

增塑剂 0-20 份;

[0031] 填料 5-30 份;

交联剂 5-15 份;

偶联剂 1-5 份;

[0032] 所述交联剂的制备方法包括以下步骤:

[0033] 混合硅酸酯、丁酮肟和溶剂,加热回流反应。

[0034] 本发明以硅酸酯和丁酮肟的加热回流反应后的混合物作为交联剂,发现其具有较高的交联活性,可以省略有机锡类或金属盐类催化剂的加入,并达到与加入这类催化剂基本相似的力学性能,避免了硅橡胶在受热密闭环境中,因为这类催化剂的作用,导致聚合物 Si-O 链段发生断裂降解,进而出现硅橡胶的软化,甚至是液化,出现返原现象。所得到的脱肟型室温硫化硅橡胶具有良好的抗返原性,可以避免建筑、汽车、电子电器等应用中,遇到受热密闭环境时,硅橡胶出现软化、力学性能下降的现象。

[0035] 优选的,所述加热回流反应的反应温度为 140°C - 180°C ,反应时间为15h-25h。

[0036] 更优选的,所述加热回流反应的反应温度为 150°C - 170°C ,反应时间为18h-22h。

[0037] 可以理解地,在 90°C 下,抽真空至5-10mmHg,无馏出物视为反应停止,收集反应结束后的混合物,即为交联剂。

[0038] 优选的,所述硅酸酯与丁酮肟的重量比为50:(110-150)。

[0039] 更优选的,所述硅酸酯与丁酮肟的重量比为50:(110-130)。

[0040] 优选的,所述硅酸酯选自硅酸甲酯和/或硅酸乙酯。

[0041] 可以理解的,硅酸甲酯是指四甲氧基硅烷,硅酸乙酯是指四乙氧基硅烷。

[0042] 将硅酸酯、丁酮肟在溶剂中混合,优选的,所述溶剂为甲苯。

[0043] 通过上述方法制备的交联剂,相比与市场上的常用的三、四官能团的酮肟基硅烷交联剂,具有较高的交联活性。

[0044] 在一个优选的实施例中,所述有机聚硅氧烷聚合物为羟基封端的聚二甲基硅氧烷。

[0045] 进一步优选的,所述羟基封端的聚二甲基硅氧烷为 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷。

[0046] 在一个优选的实施例中,所述 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷25℃下粘度范围为20000~80000mPa·s。

[0047] 在一个优选的实施例中,所述增塑剂为硅油。

[0048] 在一个优选的实施例中,所述硅油在25℃下粘度为350mPa·s。

[0049] 在一个优选的实施例中,所述填料选自纳米碳酸钙和/或气相法白炭黑。

[0050] 在一个优选的实施例中,所述偶联剂选自 γ -缩水甘油醚氧丙基三甲氧基硅烷、 γ -缩水甘油醚氧丙基三乙氧基硅烷、环氧环己基甲基三甲氧基硅烷、环氧环己基甲基三乙氧基硅烷、氯丙基三甲氧基硅烷、氯丙基三乙氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷、 γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三乙氧基硅烷、 γ -氨丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨丙基三乙氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-(2-氨乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷、苯氨基甲基三甲氧基硅烷、苯氨基甲基三乙氧基硅烷、二乙烯基三胺基丙基三甲氧基硅烷和二乙烯基三胺基丙基三乙氧基硅烷中的至少两种。

[0051] 在一个优选的实施例中,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料还包括阻燃剂。脱脲型室温硫化硅橡胶体系中加入阻燃剂后,上述交联剂同样能够发挥出较高的交联活性,同样可以省略有机锡类或金属盐类催化剂的加入,并达到与加入这类催化剂基本相似的力学性能。阻燃剂的加入,在上述效果的基础上,还赋予了室温硫化硅橡胶的阻燃性能,使其应用范围更广泛。

[0052] 在一个优选的实施例中,以重量份计,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料包括:

有机聚硅氧烷聚合物 80-100 份;

[0053] 增塑剂 0-20 份;

填料 5-30 份;

交联剂 5-15 份;

[0054] 偶联剂 1-5 份;

阻燃剂 40-80 份。

[0055] 在一个优选的实施例中,所述阻燃剂选自三氧化二锑和/或氢氧化铝。

[0056] 一种脱脲型室温硫化硅橡胶的制备方法,包括以下步骤:

[0057] 混合有机聚硅氧烷聚合物和增塑剂,捏合制备基料;

[0058] 混合所述基料、填料、交联剂和偶联剂,搅拌。

[0059] 可以理解地,捏合步骤可在捏合机内进行,可将有机聚硅氧烷聚合物和增塑剂加入到捏合机中,优选的设置:温度为100℃~130℃,真空度为-0.06MPa~-0.099MPa,脱水共混60分钟~180分钟,冷却后,得到基料。

[0060] 在一个优选的实施例中,所述脱脲型室温硫化硅橡胶的制备原料还包括阻燃剂,制备时,混合有机聚硅氧烷聚合物、增塑剂和阻燃剂,捏合制备基料。即,将有机聚硅氧烷聚合物、增塑剂和阻燃剂加入到捏合机中,优选设置:温度为100℃~130℃,真空度为-

0.06MPa~-0.099MPa,脱水共混60分钟~180分钟,冷却后,得到基料。

[0061] 可以理解地,搅拌步骤可在行星搅拌机内进行,可将上述基料、填料、交联剂和偶联剂加入到行星搅拌机中,优选的设置为:真空度为-0.08MPa~-0.099MPa,转速为300rpm~800rpm,搅拌的时间为30分钟~120分钟,得到脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0062] 以下结合具体实施例和对比例进行进一步说明,以下具体实施例中所涉及的原料,若无特殊说明,均可来源于市售,所使用的仪器,若无特殊说明,均可来源于市售。所涉及的原料份数除特殊说明外,均为重量份数计。

[0063] 实施例1

[0064] 本实施例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,步骤如下:

[0065] (1) 制备交联剂

[0066] 将50份硅酸甲酯、120份丁酮脲和200份甲苯混合,在160℃下加热回流20小时,然后在90℃下,抽真空至5-10mmHg,无馏出物视为反应停止,收集反应结束后的混合物,即为交联剂。

[0067] (2) 制备基料

[0068] 将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份,三氧化二锑80份,加入到捏合机中,在真空度为0.095MPa,温度为100℃条件下共混脱水捏合180min,待冷却后出料,得到基料。

[0069] (3) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0070] 在室温下,将纳米碳酸钙30份,上述交联剂15份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷1份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷4份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.095Mpa、转速500rpm搅拌90分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0071] 对比例1

[0072] 本对比例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,与实施例1基本相同,主要区别在于交联剂不同,具体步骤如下:

[0073] (1) 制备基料

[0074] 将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份,三氧化二锑80份,加入到捏合机中,在真空度为0.095MPa,温度为100℃条件下共混脱水捏合180min,待冷却后出料,得到基料。

[0075] (2) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0076] 在室温下,将纳米碳酸钙30份,交联剂15份,甲基三丁酮脲基硅烷10份,乙烯基三丁酮脲硅烷5份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷1份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷4份,二丁基二乙酸锡0.5份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.095Mpa、转速500rpm搅拌90分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0077] 实施例2

[0078] 本实施例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,步骤如下:

[0079] (1) 制备交联剂

[0080] 将50份硅酸甲酯、120份丁酮脲和200份甲苯混合,在160℃下加热回流20小时,然后在90℃下,抽真空至5-10mmHg,无馏出物视为反应停止,收集反应结束后的混合物,即为交联剂。

[0081] (2) 制备基料

[0082] 将25℃时50000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷90份, 氢氧化铝60份, 硅油10份加入到捏合机中, 在真空度为0.06MPa, 温度为130℃条件下共混脱水捏合60min, 待冷却后出料, 得到基料。

[0083] (3) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0084] 在室温下, 将白炭黑15份, 上述交联剂10份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷2份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份, 加入装有上述基料的行星搅拌机内, 于真空度0.08Mpa、转速300rpm搅拌120分钟, 制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0085] 对比例2

[0086] 本对比例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法, 与实施例2基本相同, 主要区别在于交联剂不同, 具体步骤如下:

[0087] (1) 制备基料

[0088] 将25℃时50000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷90份, 氢氧化铝60份, 硅油10份加入到捏合机中, 在真空度为0.06MPa, 温度为130℃条件下共混脱水捏合60min, 待冷却后出料, 得到基料。

[0089] (2) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0090] 在室温下, 将白炭黑15份, 甲基三丁酮脲基硅烷5份, 乙烯基三丁酮脲硅烷5份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷2份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份, 二丁基二乙酸锡2份, 加入装有上述基料的行星搅拌机内, 于真空度0.08Mpa、转速300rpm搅拌120分钟, 制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0091] 实施例3

[0092] 本实施例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法, 步骤如下:

[0093] (1) 制备交联剂

[0094] 将50份硅酸乙酯、150份丁酮脲和200份甲苯混合, 在180℃下加热回流15小时, 然后在90℃下, 抽真空至5-10mmHg, 无馏出物视为反应停止, 收集反应结束后的混合物, 即为交联剂。

[0095] (2) 制备基料

[0096] 将25℃时30000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份, 氢氧化铝80份, 加入到捏合机中, 在真空度为0.09MPa, 温度为110℃条件下共混脱水捏合120min, 待冷却后出料, 得到基料。

[0097] (3) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0098] 在室温下, 将纳米碳酸钙10份, 上述交联剂10份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷1份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份, 加入装有上述基料的行星搅拌机内, 于真空度0.08Mpa、转速800rpm搅拌30分钟, 制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0099] 对比例3

[0100] 本对比例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法, 与实施例1基本相同, 主要区别在于交联剂不同, 具体步骤如下:

[0101] (1) 制备基料

[0102] 将25℃时30000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份, 氢氧化铝80份,

加入到捏合机中,在真空度为0.09MPa,温度为110℃条件下共混脱水捏合120min,待冷却后出料,得到基料。

[0103] (2) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0104] 在室温下,将纳米碳酸钙10份,甲基三丁酮脲基硅烷5份,乙烯基三丁酮脲基硅烷5份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷1份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份,二丁基二月桂酸锡1份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.08Mpa、转速800rpm搅拌30分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0105] 实施例4

[0106] 本实施例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,步骤如下:

[0107] (1) 制备交联剂

[0108] 将50份硅酸乙酯、110份丁酮脲和200份甲苯混合,在140℃下加热回流24小时,然后在90℃下,抽真空至5-10mmHg,无馏出物视为反应停止,收集反应结束后的混合物,即为交联剂。

[0109] (2) 制备基料

[0110] 将25℃时80000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份,硅油20份,三氧化二锑40份,加入到捏合机中,在真空度为0.08MPa,温度为120℃条件下共混脱水捏合150min,待冷却后出料,得到基料。

[0111] (3) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0112] 在室温下,将白炭黑5份,上述交联剂5份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷2份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.09Mpa、转速600rpm搅拌90分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0113] 对比例4

[0114] 本对比例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,与实施例1基本相同,主要区别在于交联剂不同,具体步骤如下:

[0115] (1) 制备基料

[0116] 将25℃时80000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份,硅油20份,三氧化二锑40份,加入到捏合机中,在真空度为0.08MPa,温度为120℃条件下共混脱水捏合150min,待冷却后出料,得到基料。

[0117] (2) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0118] 在室温下,将白炭黑5份,甲基三丁酮脲基硅烷4份,乙烯基三丁酮基硅烷1份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷2份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷1份,二丁基二月桂酸锡3份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.09Mpa、转速600rpm搅拌90分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0119] 对比例5

[0120] 本对比例提供一种脱脲型室温硫化硅橡胶及其制备方法,与对比例1基本相同,主要区别在于未加入催化剂二丁基二乙酸锡,具体步骤如下:

[0121] (1) 制备基料

[0122] 将25℃时20000mPa·s粘度的 α, ω -二羟基聚二甲基硅氧烷100份,三氧化二锑80份,加入到捏合机中,在真空度为0.095MPa,温度为100℃条件下共混脱水捏合180min,待冷

却后出料,得到基料。

[0123] (2) 制备脱脲型室温硫化硅橡胶

[0124] 在室温下,将纳米碳酸钙30份,交联剂15份,甲基三丁酮脲基硅烷10份,乙烯基三丁酮脲基硅烷5份, γ -(2,3-环氧丙氧基)丙基三甲氧基硅烷1份, γ -氨丙基三甲氧基硅烷4份,加入装有上述基料的行星搅拌机内,于真空度0.095Mpa、转速500rpm搅拌90分钟,制得脱脲型室温硫化硅橡胶。

[0125] 性能测试

[0126] 拉伸强度、硬度按GB/T16776制样测试,所有试片制样后在标准条件下养护7天,其中一组直接测试,另外一组再放置于密闭容器中置于250℃烘3天后测试;阻燃性按GB/T24267相应规定制样测试。测试结果如表1所示。

[0127] 表1

项目	实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	对比 例 1	对比 例 2	对比 例 3	对比 例 4	对比 例 5
阻燃等级	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0	FV- 0
表面是否 粘	否	否	否	否	否	否	否	否	否
[0128] 拉伸强 度, MPa	1.22	1.26	1.42	1.16	1.25	1.28	1.38	1.18	0.35
硬度, Shore A	50	45	42	36	52	46	40	38	20
密闭条件下 250℃烘 3 天后									
表面是否 粘	否	否	否	否	是	是	是	是	否

[0129]	拉伸强度, MPa	1.08	1.15	1.33	1.15	0.66	0.48	0.62	0.45	0.30
	硬度, Shore A	45	40	38	33	25	16	23	15	18

[0130] 由表1可知,实施例1-4均未加入有机锡类催化剂,所制备的硅橡胶能够与对比例1-4加入有机锡类催化剂所制备的硅橡胶基本相似的力学性能,避免出现返原现象,在受热密闭环境中,可保持较好的力学强度和硬度。

[0131] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合,为使描述简洁,未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述,然而,只要这些技术特征的组合不存在矛盾,都应当认为是本说明书记载的范围。

[0132] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明的保护范围应以所附权利要求为准。