



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105189641 B

(45)授权公告日 2018.02.23

(21)申请号 201480024435.8

(72)发明人 铃木雄太 福士达夫

(22)申请日 2014.04.30

(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限
责任公司 11219

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105189641 A

代理人 王潜 郭国清

(43)申请公布日 2015.12.23

(51)Int.Cl.

C08L 27/12(2006.01)

(30)优先权数据

C08L 101/04(2006.01)

61/818,660 2013.05.02 US

C08J 3/20(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.10.30

(56)对比文件

CN 102985482 A,2013.03.20,

(86)PCT国际申请的申请数据

CN 102985482 A,2013.03.20,

PCT/US2014/036114 2014.04.30

CN 102781921 A,2012.11.14,

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/179432 EN 2014.11.06

US 2012149800 A1,2012.06.14,

审查员 孙书轩

(73)专利权人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

权利要求书1页 说明书19页

(54)发明名称

部分氟化的弹性体及其制备和使用方法

(57)摘要

本文所述的是组合物,所述组合物包含:(i)
包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;
以及(ii)基于部分氟化的聚合物和离子液体的
总重量小于10重量%的离子液体。

1. 一种组合物,所述组合物包含:
 - (i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;以及
 - (ii) 基于所述部分氟化的聚合物和离子液体的总重量 (a) 大于0.01重量%并且小于1.0重量%或 (b) 大于1.0重量%并且小于10.0重量%的所述离子液体,其中包含所述部分氟化的弹性体胶和所述离子液体的可混溶共混物的玻璃化转变温度与所述部分氟化的弹性体胶的玻璃化转变温度之间的差小于3℃。
2. 根据权利要求1所述的组合物,其中所述离子液体包含烷基铵阳离子。
3. 根据权利要求1所述的组合物,其中所述离子液体具有100℃或更低的熔点。
4. 根据权利要求1所述的组合物,其中所述组合物包含基于所述部分氟化的聚合物和所述离子液体的总重量大于0.01重量%并且小于1.0重量%的离子液体。
5. 一种包含根据权利要求1所述的组合物的制品。
6. 一种包含固化的根据权利要求1至3中任一项所述的组合物的固化制品。
7. 根据权利要求6所述的固化制品,其中所述固化制品为软管或密封件。
8. 根据权利要求6所述的固化制品,其中所述固化制品为垫圈。
9. 一种用于制备组合物的方法,所述方法包括共混 (i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶和 (ii) 基于所述部分氟化的聚合物和离子液体的总重量 (a) 大于0.01重量%并且小于1.0重量%或 (b) 大于1.0重量%并且小于10.0重量%的所述离子液体,其中包含所述部分氟化的弹性体胶和所述离子液体的可混溶共混物的玻璃化转变温度与所述部分氟化的弹性体胶的玻璃化转变温度之间的差小于3℃。
10. 一种组合物,所述组合物包含:
 - (i) 包含部分氟化的聚合物的固化的部分氟化的弹性体;以及
 - (ii) 基于所述部分氟化的聚合物和离子液体的总重量 (a) 大于0.01重量%并且小于1.0重量%或 (b) 大于1.0重量%并且小于10.0重量%的所述离子液体,其中包含所述固化的部分氟化的弹性体和所述离子液体的可混溶共混物的玻璃化转变温度与所述固化的部分氟化的弹性体的玻璃化转变温度之间的差小于3℃。

部分氟化的弹性体及其制备和使用方法

技术领域

[0001] 本发明描述了包含部分氟化的弹性体胶和离子液体的组合物连同其制备和使用方法。

背景技术

[0002] 部分含氟的弹性体诸如偏二氟乙烯 (VDF) 和六氟丙烯 (HFP) 的共聚物以及四氟乙烯 (TFE)、偏二氟乙烯 (VDF) 和六氟丙烯 (HFP) 的三元共聚物已被用于多种应用。固化体系诸如过氧化物固化体系、胺固化体系和多元醇固化体系可以用于交联部分氟化的弹性体胶。

[0003] 抗压缩永久变形性能是材料在由于力而变形并且由于移除力而变形时保持其初始形状/尺寸的能力。交联密度是影响部分氟化的弹性体的压缩形变的一个因素。可以使用交联剂(例如,双酚AF或其与氯化苄基三苯基磷的复合物),然而,随着交联剂的量增加,固化速度降低。

[0004] 门尼粘度是影响部分氟化的弹性体的压缩形变的另一个因素。通常,在多元醇固化体系中,具有较高门尼粘度的部分氟化的弹性体具有较低的压缩形变。然而,门尼粘度越高,可越难以加工部分氟化的弹性体胶。

发明内容

[0005] 期望一种包含可固化含氟弹性体同时平衡含氟弹性体的最终特性(诸如压缩形变)的组合物,其中所述可固化含氟弹性体具有良好的加工性能(诸如固化速度、门尼粘度等)。在一个实施例中,希望具有不含溶剂(诸如挥发性溶剂)的组合物。

[0006] 在一个方面,提供了包含以下的组合物:(i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;和(ii) 基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体。

[0007] 在一个实施例中,基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于0.01重量%并且小于1.0重量%。

[0008] 在另一个实施例中,基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于1.0重量%并且小于10.0重量%。

[0009] 在另一个方面,提供了包含可固化组合物的制品,所述可固化组合物包含:(i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;和(ii) 基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体。

[0010] 在另一方面,提供了固化制品,所述固化制品包含(i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;(ii) 基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体;和(iii) 固化剂。

[0011] 上述发明内容并非旨在描述每个实施例。本发明的一个或多个实施例的细节还在下文的描述中示出。根据该描述和权利要求书,其它特征、目的和优点将显而易见。

具体实施方式

[0012] 如本文所用,术语

[0013] “一个”、“一种”和“所述”可互换使用并指一种或多种;

[0014] “和/或”用于表示可能发生一种或两种所述的情况,例如A和/或B包括(A和B)和(A或B);以及

[0015] “共聚物”意味着衍生自两个或更多个不同的单体单元的聚合物,并且包括三元共聚物、四元共聚物等。

[0016] 另外,本文中由端值表述的范围包括在该范围内所包括的所有数值(例如,1至10包括1.4、1.9、2.33、5.75、9.98等)。

[0017] 另外,本文中“至少一个”的表述包括一个及以上的所有数目(例如,至少2个、至少4个、至少6个、至少8个、至少10个、至少25个、至少50个、至少100个等)。

[0018] 已发现,在液体状态下为盐的离子液体由于其独特的特性而增加了应用,所述特性包括高的离子电导率、宽的电化学稳定性、良好的热稳定性、宽的温度液体范围和环境友好的性质。

[0019] 离子液体已被添加到凝胶聚合物电解质或离子传导性聚合物(诸如在商品名“NAFION”下可用的PVDF/HFP共聚物或基于磺化四氟乙烯的含氟聚合物)以改善聚合物的离子电导率,以用作在锂电池、超级电容器、燃料电池等中的电解质。通常,由于使用的离子液体越多,所得的组合物的离子电导率越高,所以离子液体通常以相对于聚合物至少0.4至1的重量比而被加入。参见,例如,Fuller, J. 等人,《电化学学会志》第144卷第4期第2007页第67行至第69行。

[0020] JP专利公布No.2007-281048(Mutsuaki等人)公开了用于热耗散的包含离子液体和胶凝剂的凝胶组合物,其中胶凝剂为大于2重量(重量)%并且小于50重量%。如果胶凝剂小于2重量%,则称组合物的胶凝是不充足的,并且如果胶凝剂超过50重量%,则称凝胶组合物的弹性和柔韧性丢失并且组合物将变硬。

[0021] 在本公开中,已发现通过将低量(例如,小于10重量%)的离子液体添加到部分氟化的弹性体胶,可以获得除别的之外还具有改善的固化速度、较低的门尼粘度和/或改善的压缩形变的组合物。

[0022] 在本公开的一个实施例中,还已发现离子液体可以用于对在固化体系中的组分增溶,例如双酚AF(交联剂)和/或氯化苄基三苯基磷(交联助剂),在一个实施例中,所述离子液体可以提供改善的固化剂分散。

[0023] 离子液体为独特的盐,其在约100℃或更低温度下呈液态,具有可忽略的蒸气压和高度的热稳定性。离子液体由阳离子和阴离子构成并且具有大体约100℃或更低温度(即在约100℃或更低温度下为液体)、约95℃或更低温度或甚至约80℃或更低温度的熔点。某些离子液体即便在环境温度下也以熔融状态存在,因为它们的熔点低于室温,并因此它们有时也称为环境温度熔盐。离子液体的阳离子和/或阴离子的空间体积相对大,并且通常,这些离子中的一者和/或两者为有机离子。可以通过已知方法,例如,通过诸如阴离子交换或复分解法的方法或通过酸-碱或中和方法,来合成离子液体。

[0024] 本公开的离子液体的阳离子可以为铵离子、𬞟离子、铈离子等,包括各种未定域的杂芳族阳离子,但并不限于此。铵离子包括选自烷基铵、咪唑𬞟、吡啶𬞟、吡咯烷𬞟、

吡咯啉𬝓、吡嗪𬝓、嘧啶𬝓、三唑𬝓、三嗪𬝓、喹啉𬝓、异喹啉𬝓、吡啶𬝓、喹噁啉𬝓、哌啶𬝓、噁唑啉𬝓、噻唑啉𬝓、吗啉𬝓、哌嗪𬝓及它们的组合的铵离子。𬝓离子的示例包括选自四烷基𬝓、芳基𬝓、烷基芳基𬝓及它们的组合的𬝓离子。𬝓离子的示例包括选自烷基𬝓、芳基𬝓、噻吩𬝓、四氢噻吩𬝓及它们的组合的𬝓离子。直接键合氮原子、磷原子或硫原子的烷基基团可以是碳数为至少1个、2个或甚至4个并且不超过8个、10个、12个、15个或甚至20个的直链、支链或环状的烷基基团。烷基可以任选地包含杂原子,诸如在链中或在链的末端(例如,端-OH基)的O和N和S。直接键合氮原子、磷原子或硫原子的芳基可以是碳数为至少5个、6个或甚至8个并且不超过12个、15个或甚至20个的单环或缩合环状芳基。在构成此类阳离子的结构中的任意部位可以由被烷基基团、烯基基团、炔基基团、环烷基基团、芳基基团、芳烷基基团、芳基烷基基团、烷氧基基团、芳氧基基团、羟基基团、羰基基团、羧基基团、酯基基团、酰基基团、氨基基团、二烷基氨基基团、酰胺基团、亚氨基基团、酰亚胺基团、硝基基团、腈基基团、硫醚基团、亚砷基团、砷基基团、卤素原子等进一步取代,并且杂原子诸如氧原子、氮原子、硫原子和硅原子可以被包含在构成所述阳离子的结构的主链或环中。

[0025] 阳离子的具体示例包括N-乙基-N'-甲基咪唑𬝓、N-甲基-N-丙基哌啶𬝓、N,N,N-三甲基-N-丙基铵、N-甲基-N,N,N-三丙基铵、N,N,N-三甲基-N-丁基铵、N,N,N-三甲基-N-甲氧基乙基铵、N-甲基-N,N,N-三(甲氧基乙基)铵、N,N-二甲基-N-丁基-N-甲氧基乙基铵、N,N-二甲基-N,N-二丁基铵、N-甲基-N,N-二丁基-N-甲氧基乙基铵、N-甲基-N,N,N-三丁基铵、N,N,N-三甲基-N-己基铵、N,N-二乙基-N-甲基-N-(2-甲氧基乙基)铵、1-丙基-四氢噻吩𬝓、1-丁基-四氢噻吩𬝓、1-戊基-四氢噻吩𬝓、1-己基-四氢噻吩𬝓、缩水甘油基三甲基铵、N-乙基丙烯酰基-N,N,N-三甲基铵、N-乙基-N-甲基吗啉𬝓、N,N,N-三辛基铵、N-甲基-N,N,N-三辛基铵、N,N-二甲基-正辛基-N-(2-羟乙基)铵和它们的组合。

[0026] 不包含表现出反应性的官能团或部分(例如,具有反应活性的不饱和键)的阳离子就耐热性来看是有利的,并且此类阳离子的示例包括N-甲基-N-丙基哌啶𬝓和N,N,N-三甲基-N-丙基铵。有利的是,构成所述阳离子的基团被氟原子取代,因为期望与含氟聚合物有良好的相容性。

[0027] 本公开的离子液体的阴离子可以为,例如,硫酸根(R-OSO_3^-)、磺酸根(R-SO_3^-)、羧酸根(R-CO_2^-)、磷酸根($(\text{RO})_2\text{P(=O)O}^-$)、由下式表示的硼酸根: BR_4^- ,诸如四氟硼酸根(BF_4^-)和四烷基硼酸根、由下式表示的磷酸根: PR_6^- ,诸如六氟磷酸根(PF_6^-)和六烷基磷酸根、亚胺阴离子(R_2N^-)、甲基阴离子(R_3C^-)、硝酸根离子(NO_3^-)或亚硝酸根离子(NO_2^-)。在该式中,每个R可以独立地为氢原子、卤素原子(氟、氯、溴、碘)、取代或未取代的烷基、烯基、炔基、环烷基、芳基、芳烷基、芳基烷基、酰基或磺酰基等。杂原子诸如氧原子、氮原子和硫原子可以被包含在R基的主链或环中,并且在R基的碳原子上的部分或全部氢原子可以用氟原子取代。在阴离子中存在多个R'的情况下,这些R'可以相同或不同。因为通常与含氟聚合物有良好的相容性,所以有利的是,在阴离子中R基的碳原子上的部分或全部氢原子被氟原子取代,

并且有利的是,阴离子包含全氟烷基。

[0028] 包含全氟烷基的阴离子(其可以被有利地使用)的示例包括双(全氟烷基磺酰基)亚胺阴离子($(\text{RfSO}_2)_2\text{N}^-$)、全氟烷基磺酸根(RfSO_3^-)和三(全氟烷基磺酰基)甲基阴离子($(\text{RfSO}_2)_3\text{C}^-$) (其中Rf表示全氟烷基)。全氟烷基的碳数可以为(例如)至少1个、2个、3个或甚至4个到至多8个、10个、12个、15个或甚至20个。双(全氟烷基磺酰基)亚胺阴离子的具体示例包括:双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、双(五氟乙磺酰基)亚胺阴离子、双(七氟丙磺酰基)亚胺阴离子和双(九氟丁磺酰基)亚胺阴离子。全氟烷基磺酸根的具体示例包括:三氟甲磺酸根、五氟乙磺酸根、七氟丙磺酸根、九氟丁磺酸根。三(全氟烷基磺酰基)甲基阴离子的具体示例包括:三(三氟甲磺酰基)甲基阴离子、三(五氟乙磺酰基)甲基阴离子、三(七氟丙磺酰基)甲基阴离子、三(九氟丁磺酰基)甲基阴离子和它们的组合。

[0029] 至于由上述阳离子和阴离子构成的离子液体,可以有利地使用N-甲基-N-丙基哌啶𬰪双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、N-甲基-N-丙基哌啶𬰪双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、N-乙基-N'-甲基咪唑𬰪双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、N,N,N-三甲基-N-己基铵双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子和N-甲基-N,N,N-三丁基铵双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子,因为优良的耐热性和与含氟聚合物良好的相容性。不含芳族环的N-甲基-N-丙基哌啶𬰪双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、N,N,N-三甲基-N-己基铵双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子和N-甲基-N,N,N-三丁基铵双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子尤其适用于非着色应用。

[0030] 离子液体与包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶共混以形成本公开的组合物。

[0031] 如本文所用,聚合物是指衍生自重复单体单元的大分子,其中大分子具有大于20,000克/摩尔的分子量。如本文所公开的部分氟化的聚合物包含沿聚合物的碳主链的氢原子以及氟原子。部分氟化的聚合物应包含沿聚合物的碳主链的至少50重量%、60重量%或甚至70重量%的氟原子量;和沿聚合物的碳主链的至多75重量%或76重量%的氟原子量。部分氟化的聚合物还应包含沿聚合物的碳主链的至少0.1重量%,但不超过40重量%、25重量%、10重量%、5重量%或甚至1重量%的氟原子。

[0032] 部分氟化的聚合物可以衍生自一种或多种氟化的单体诸如四氟乙烯(TFE)、乙烯基氟(VF)、偏二氟乙烯(VDF)、六氟丙烯(HFP)、五氟丙烯、三氟乙烯、三氟氯乙烯(CTFE)、全氟乙烯基醚(包括全氟烷基乙烯基醚和全氟烷氧基乙烯基醚)、全氟烯丙基醚(包括全氟烷基烯丙基醚和全氟烷氧基烯丙基醚)、全氟烷基乙烯基单体和它们的组合。

[0033] 合适的全氟烷基乙烯基单体对应于如下通式: $\text{CF}_2=\text{CF}-\text{R}^{\text{d}}_{\text{f}}$ 或 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{R}^{\text{d}}_{\text{f}}$,其中 $\text{R}^{\text{d}}_{\text{f}}$ 表示1个-10个碳原子或甚至1个-5个碳原子的全氟烷基基团。

[0034] 可用于本公开的全氟乙烯基醚的示例包括对应于下式的那些: $\text{CF}_2=\text{CF}-\text{O}-\text{R}_{\text{f}}$,其中 R_{f} 表示可不包括氧原子、包括一个或多个氧原子以及至多达12个、10个、8个、6个或甚至4个碳原子的全氟化脂族基团。示例性全氟化乙烯基醚对应于下式: $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{R}^{\text{a}}_{\text{f}}\text{O})_{\text{n}}(\text{R}^{\text{b}}_{\text{f}}\text{O})_{\text{m}}\text{R}^{\text{c}}_{\text{f}}$,其中 $\text{R}^{\text{a}}_{\text{f}}$ 和 $\text{R}^{\text{b}}_{\text{f}}$ 为具有1个-6个碳原子、具体具有2个-6个碳原子的不同直链或支链的全氟亚烷基基团,m和n独立地为0-10,并且 $\text{R}^{\text{c}}_{\text{f}}$ 为具有1个-6个碳原子的全氟烷基基团。全氟化乙烯基醚的具体示例包括全氟(甲基乙烯基)醚(PMVE)、全氟(乙基乙烯基)醚(PEVE)、全氟(正丙基乙烯基)醚(PPVE-1)、全氟-2-丙氧基丙基乙烯基醚(PPVE-2)、全氟-3-甲氧基-正丙

基乙烯基醚、全氟-2-甲氧基-乙基乙烯基醚和 $\text{CF}_3-(\text{CF}_2)_2-\text{O}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2-\text{O}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2-\text{O}-\text{CF}=\text{CF}_2$ 。

[0035] 可用于本公开的全氟烯丙基醚的示例包括对应于下式的那些： $\text{CF}_2=\text{CF}(\text{CF}_2)-\text{O}-\text{R}_f$ ，其中 R_f 表示可不包括氧原子、包括一个或多个氧原子以及至多达10个、8个、6个或甚至4个碳原子的全氟化脂族基团。全氟化烯丙基醚的具体示例包括： $\text{CF}_2=\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{O}-(\text{CF}_2)_n\text{F}$ ，其中 n 为1至5的整数，和 $\text{CF}_2=\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{O}-(\text{CF}_2)_x-\text{O}-(\text{CF}_2)_y-\text{F}$ ，其中 x 为2至5的整数并且 y 为1至5的整数。

[0036] 本领域技术人员熟知通过添加少量其它可共聚单体(其可以或可以不包含氟取代)例如乙烯、丙烯、丁烯等，而在部分氟化的聚合物形成期间来改性所述部分氟化的聚合物。这些附加的单体(即共聚单体)的使用是在本公开的范围内。通常，这些附加的单体将以小于25摩尔%的含氟聚合物、优选地小于10摩尔%和甚至小于3摩尔%来使用。

[0037] 在一个实施例中，部分氟化的聚合物为共聚物。示例性局部氟化聚合物包括：TFE/丙烯共聚物、TFE/丙烯/VDF共聚物、VDF/HFP共聚物、TFE/VDF/HFP共聚物、TFE/乙基乙烯基醚(EVE)共聚物、TFE/丁基乙烯基醚(BVE)共聚物、TFE/EVE/BVE共聚物、VDF/ $\text{CF}_2=\text{CFOC}_3\text{F}_7$ 共聚物、乙烯/HFP共聚物、CTFE/VDF共聚物、TFE/VDF共聚物、TFE/VDF/PMVE共聚物、VDF/TFE/丙烯共聚物、TFE/VDF/PMVE/乙烯共聚物和TFE/VDF/ $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_3\text{OCF}_3$ 共聚物。在一个实施例中，部分氟化的聚合物不是VDF/HFP共聚物。

[0038] 示例性含氟共聚物包括例如，由明尼苏达州圣保罗市的3M公司(3M Co., St. Paul, MN)制备的那些；FE 5522X、FE 5730、FE5830Q、FE 5840Q、FLS 2530、FLS 2650、FPO 3740、FPO 3741、FT 2320、FT 2350、FT 2430、FT 2481、FC 2110Q、FC 2120、FC 2121、FC 2122、FC 2123、FC 2144、FC 2145、FC 2152、FC 2170、FC 2174、FC 2176、FC 2177D、FC 2178、FC 2179、FC 2180、FC 2181、FC 2182、FC 2211、FC 2230、FC 2260、FC 2261Q、FE 5520X、FE 5542X、FE 5610、FE 5610Q、FE 5620Q、FE 5621、FE 5622Q、FE 5623、FE 5640Q、FE 5641Q、FE 5642、FE 5643Q、FE 5660Q、FG 5630Q、FG 5661X、FG 5690Q、FX 3734、FX 3735和FX 11818。

[0039] 在本公开中，部分氟化的聚合物可以在链转移剂和/或固化部位单体存在下聚合以将固化部位引入到含氟聚合物中。

[0040] 示例性链转移剂包括：含碘链转移剂、含溴链转移剂、或含氯链转移剂。例如，在聚合反应中，合适的含碘链转移剂包括式 RI_x ，其中(i) R为具有3个至12个碳原子的全氟烷基基团或全氟氯烷基基团；并且(ii) $x=1$ 或2。含碘链转移剂可以为全氟化的碘代化合物。示例性碘代全氟化合物包括1,3-二碘全氟丙烷、1,4-二碘全氟丁烷、1,6-二碘全氟己烷、1,8-二碘全氟辛烷、1,10-二碘全氟癸烷、1,12-二碘全氟十二烷、2-碘-1,2-二氯-1,1,2-三氟乙烷、4-碘-1,2,4-三氯全氟丁烷以及它们的混合物。在一些实施例中，溴来源于下式： RBr_x 的溴化的链转移剂，其中(i) R为具有3个至12个碳原子的全氟烷基基团或全氟氯烷基基团，并且(ii) $x=1$ 或2。链转移剂可以为全氟化的溴代化合物。

[0041] 固化部位单体，如果使用的話，包括溴、碘和/或氮固化结构部分中的至少一个。

[0042] 在一个实施例中，固化部位单体可以衍生自下式的一种或多种化合物：(a) $\text{CX}_2=\text{CX}(\text{Z})$ ，其中：(i) X各自独立地为H或F；并且(ii) Z为I、Br、 R_f-U ，其中 $\text{U}=\text{I}$ 或Br并且 R_f =任选地包含O原子的全氟化或部分全氟化的亚烷基基团，或(b) $\text{Y}(\text{CF}_2)_q\text{Y}$ ，其中：(i) Y为Br或I或Cl并且(ii) $q=1-6$ 。此外，可使用非氟化的溴代或碘代烯烃，例如乙烯基碘和烯丙基碘。在一

些实施例中,固化部位单体衍生自选自以下项组成的组的一种或多种化合物: $\text{CH}_2=\text{CHI}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CHI}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFI}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{I}$ 、 $\text{ICF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CF}_2)_6\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{OCF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_3\text{-OCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHBr}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CHBr}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFBr}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCI}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CI}$ 以及它们的组合。

[0043] 在另一个实施例中,固化部位单体包括含氮固化结构部分。可用的含氮固化部位单体包括含腈氟化烯烃和含腈氟化乙烯基醚,诸如:全氟(8-氰基-5-甲基-3,6-二氧杂-1-辛烯); $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_L\text{CN}$,其中L为2至12的整数; $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_u\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CN}$,其中u为2至6的整数; $\text{CF}_2=\text{CFO}[\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_q(\text{CF}_2)_y\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ 或 $\text{CF}_2=\text{CFO}[\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_q(\text{CF}_2)_y\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CN}$,其中q为0至4的整数并且y为0至6的整数;或 $\text{CF}_2=\text{CF}[\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)]_r\text{O}(\text{CF}_2)_t\text{CN}$,其中r为1或2并且t为1至4的整数;以及上述的衍生物和组合。含腈固化部位单体的示例包括 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_5\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CN}$;以及它们的组合。

[0044] 部分氟化的聚合物是通常通过聚合一种或多种类型的单体获得的部分氟化的弹性体胶。部分氟化的弹性体胶可以或可以不是交联的。部分氟化的弹性体胶的交联通常可以用过氧化物、多元醇或聚胺固化体系(或固化剂)来执行。

[0045] 过氧化物固化剂包括有机或无机过氧化物。有机过氧化物是优选的,尤其是在动态混合温度下不分解的那些。

[0046] 通常通过使用有机过氧化物作为交联剂并在需要时使用交联助剂,诸如甘油的二烯丙基醚、三烯丙基磷酸、己二酸二烯丙基酯、二烯丙基三聚氰胺和异氰尿酸三烯丙酯(TAIC)、异氰尿酸三(甲基)烯丙酯(TMAIC)、氰尿酸三(甲基)烯丙酯、聚异氰尿酸三烯丙酯(聚-TAIC)、苯二甲基-双(异氰尿酸二烯丙酯)(XBD)和N,N'-间亚苯基双马来亚胺阴离子,可以执行使用过氧化物的交联。有机过氧化物的示例包括过氧化苯甲酰、二枯基过氧化物、二-叔丁基过氧化物、2,5-二-甲基-2,5-二-叔丁基过氧己烷、2,4-二氯过氧化苯甲酰、1,1-双(叔丁基过氧)-3,3,5-三甲基氯己烷、叔丁基过氧异丙基碳酸酯(TBIC)、叔丁基过氧2-乙基己基碳酸酯(TBEC)、叔-戊基过氧2-乙基己基碳酸酯、叔-己基过氧异丙基碳酸酯、碳过氧酸、0,0'-1,3-丙烷二基00,00'-双(1,1-二甲基乙基)酯、叔丁基过氧苯甲酸酯、叔-己基过氧-2-乙基己酸酯、叔丁基过氧-2-乙基己酸酯、二(4-甲基苯甲酰基)过氧化物、月桂基过氧化物和过氧化环己酮。其它合适的过氧化物固化剂在美国专利5,225,504(Tatsu等人)中列出。所用的过氧化物固化剂的量通常将为0.1至5重量份每100份含氟聚合物,优选地为1至3重量份每100份含氟聚合物。其它常规的自由基引发剂适合与本公开一起使用。

[0047] 通常通过使用多元醇化合物作为交联剂,交联助剂诸如铵盐、~~磷~~盐和亚胺盐,和二价金属诸如镁、钙、或锌的氢氧化物或氧化物,来执行使用多元醇的交联。多元醇化合物的示例包括双酚AF、双酚A、双酚S、二羟基二苯甲酮、对苯二酚、2,4,6-三巯基-均三嗪、4,4'-硫代二苯酚以及它们的金属盐。

[0048] 通常通过使用聚胺化合物作为交联剂,和二价金属诸如镁、钙、或锌的氧化物,来执行使用聚胺的交联。聚胺化合物或聚胺化合物前体的示例包括六亚甲基二胺及其氨基甲酸酯、4,4'-双(氨基环己基)甲烷及其氨基甲酸酯和N,N'-双肉桂醛缩-1,6-六亚甲基二胺。

[0049] 由二价金属的氢氧化物、氧化物等构成的该交联剂、交联助剂和酸接受剂各自可以按常规的已知量来使用,并且所用量可以通过本领域技术人员在考虑与含氟聚合物的可混溶性、交联含氟聚合物的机械强度、收益性等等的情况下适当地确定。参与交联的这些组分中的每种的使用量可以为(例如)每100质量份含氟聚合物约1质量份或更多、约5质量份或更多、约10质量份或更多、或约15质量份或更多、和约60质量份或更少、约40质量份或更少、约30质量份或更少、或约20质量份或更少。参与交联的组分的总量可以(例如)为每100质量份含氟聚合物约1质量份或更多、约5质量份或更多、或约10质量份或更多、和约60质量份或更少、约40质量份或更少、或约30质量份或更少。

[0050] 在本公开中,组合物中存在少量的离子液体(即,基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量少于10重量%、8重量%、6重量%、5重量%、3重量%、2重量%或甚至1重量%的离子液体)。然而,必须使用足够量的离子液体(例如,基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量大于0.0005重量%的离子液体),以便相比于当不存在离子液体时,在本公开的组合物中得到一些改善(无论是相对于加工还是最终产品特性)。

[0051] 在一个实施例中,基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于0.010重量%、0.020重量%、0.050重量%、0.070重量%、0.10重量%、0.20重量%或甚至0.50重量%并且小于1.0重量%、0.90重量%、0.80重量%或甚至0.60重量%。

[0052] 在另一个实施例中,基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于1.0重量%、2.0重量%或甚至4.0重量%并且小于10.0重量%、9.0重量%、8.0重量%或甚至6.0重量%。

[0053] 本公开涉及包含离子液体与部分氟化的聚合物的可混溶共混物的组合物。如本文所用,可混溶共混物表示离子液体和部分氟化的聚合物的共混物为分子级分散体(其不同于微相分离或分散,例如凝胶)并且该可混溶共混物将相当于一种组分。换句话讲,可混溶共混物将具有单一玻璃化转变温度(T_g)。在本公开中,可混溶共混物的单一 T_g 将与部分氟化的聚合物的 T_g 基本上相同。如果离子液体和含氟聚合物的共混物为不可混溶的,那么将观察到两个 T_g 并且这两个 T_g 中的至少一个将与含氟聚合物的 T_g 相同。

[0054] 玻璃化转变温度(T_g)为聚合物从无定形态转变至玻璃态时的温度。 T_g 可以根据本领域的普通技术人员已知的任何技术进行测定。例如,差示扫描量热法(DSC)或确定使用动态力学分析仪对通过损耗模量(G'')除以储能模量(G')计算的 $\tan\delta$ ($\tan\delta = G''/G'$)的峰值温度可以用于确定玻璃化转变温度。当使用相同的测量技术时,根据本公开的可混溶共混物(包括部分氟化的聚合物(无论是固化还是未固化)和离子液体)的 T_g 将与部分氟化的聚合物(无论是固化还是未固化)的 T_g 基本上相同。换句话讲,当把离子液体添加到部分氟化的聚合物时,与离子液体共混的部分氟化的聚合物的 T_g 以小于3°C、2°C、1°C或甚至0°C而不同于部分氟化的聚合物自身的 T_g 。

[0055] 已经发现,通过将少量的离子液体添加到部分氟化的聚合物,包含弹性体胶的组合物可具有除别的以外改善的固化速度、较低的门尼粘度和/或改善的压缩形变。

[0056] 离子液体被称为离子导电液体。参见例如Masayoshi Watanabe和Tomoo,固态离子学,第86卷-第88卷(1996)第353页-第356页。在一个实施例中,因为对部分氟化的聚合物使用少量(例如,少于10重量%)的离子液体,所以离子液体基本上不改变部分氟化的聚合物的离子特性。如本文所用,尽管添加少量的离子液体可以改变含氟聚合物胶的电导率,但基

本上改变意味着将离子液体添加到部分氟化的聚合物既不使部分氟化的聚合物从非导电材料(即,小于 10^{-8}S/cm)变成半导体材料(即,在 10^{-8}S/cm 和 10^1S/cm 之间)或导电材料(即,大于 10^1S/cm),也不使部分氟化的聚合物从半导体材料变成导电材料。

[0057] 在本公开的一个实施例中,组合物为非导电的意味着所述组合物具有小于约 $1 \times 10^{-8}\text{S/cm}$ 、 $1 \times 10^{-9}\text{S/cm}$ 或甚至 $1 \times 10^{-10}\text{S/cm}$ 的电导率。

[0058] 离子液体的用量和其对于所得组合物的影响可根据所用的离子液体、所采用的部分氟化的聚合物组合物和固化体系而改变。例如,在一个实施例中,当使用少量的离子液体时,压缩形变增大。在另一个实施例中,当使用少量的离子液体时,压缩形变的压缩形变不变或稍微降低,但固化时间缩短。在另一个实施例中,当使用少量的离子液体时,门尼粘度降低。

[0059] 尽管不想受理论的限制,但据信在一个实施例中,离子液体,其可具有对于聚合物和固化剂的溶解度,可改善该组合物的均匀性,并且因此改善例如固化速度和/或压缩形变。

[0060] 当制造商丢弃溶剂时,由于花费和/或环境方面的原因,在一个实施例中,可以用离子液体取代传统的挥发性溶剂(诸如乙醇或甲醇),当将固体固化剂掺入到聚合物中时,离子液体已被用于使固体固化剂溶解或分散。

[0061] 在一个实施例中,当在 23°C 下以 2.4rpm (每分钟转数)辊轧1小时时,固体固化剂(或固化剂)在离子液体中可溶(即无色透明或混浊的)。在一个实施例中,当在 40°C 下以 2.4rpm 辊轧16小时时,固体固化剂(或固化剂)在离子液体中可溶(即无色透明或混浊的)。

[0062] 例如,出于增强强度或赋予功能性的目的,可以将常规辅助剂诸如例如酸受体、加工助剂或着色剂添加到所述组合物。

[0063] 此类填料包括:有机或无机填料,诸如粘土、二氧化硅(SiO_2)、氧化铝、铁红、滑石、硅藻土、硫酸钡、硅灰石(CaSiO_3)、碳酸钙(CaCO_3)、氟化钙、氧化钛、氧化铁和炭黑填料、聚四氟乙烯粉末、PFA(TFE/全氟乙烯基醚共聚物)粉末、导电填料、散热填料等可被作为任选组分添加到所述组合物。本领域技术人员能够选择所需量的特定填料来实现硫化化合物的期望物理特性。填料组分可以产生能够保持优选弹性和物理张力(如由伸长率和抗拉强度值所指示的)并同时保持期望特性诸如在较低温度(TR-10)下的回缩的化合物。

[0064] 在一个实施例中,组合物包含少于约40重量%、30重量%、20重量%、15重量%或甚至10重量%的无机填料。

[0065] 也可将常规的辅助剂掺入到本公开的组合物中以增强所得组合物的特性。例如,可以采用酸受体以促进化合物的固化稳定性和热稳定性。合适的酸受体可包括氧化镁、氧化铅、氧化钙、氢氧化钙、亚磷酸氢铅、氧化锌、碳酸钡、氢氧化锶、碳酸钙、水滑石、碱性硬脂酸盐、草酸镁或它们的组合。酸受体优选以在每100重量份聚合物约1份至约20份的范围内的量使用。

[0066] 包含上述部分氟化的弹性体胶、离子液体和其它组分的溶液或液态分散体可以使用溶剂诸如酮(例如丙酮、甲基乙基酮、甲基异丁基酮)、醚(例如二乙醚、四氢呋喃)和酯(例如乙酸乙酯、乙酸丁酯)来制备,所制备的溶液或液态分散体可以涂覆在基材诸如纸、纤维、膜、片材、带材、板材、管材、管道、槽和容器的表面上,并且可以通过干燥去除溶剂。这样,可以形成包含组合物层和基材的制品。

[0067] 用于混合上述部分氟化的弹性体胶、离子液体和其它组分的方法包括(例如)使用橡胶双辊、压力捏合机或班伯里密炼机来捏合。

[0068] 所述混合物可以然后诸如通过挤出或模制进行处理和成型,以形成各种形状的制品,诸如由本公开的组合物构成的片材、软管、软管衬里、O形环、垫圈或密封件。然后可以加热成型制品以固化凝胶组合物并形成固化的弹性体制品。

[0069] 通常在约120℃-220℃的温度下,优选地在约140℃-200℃的温度下对混配混合物施压(即加压固化)约1分钟至约15小时,通常为约1分钟至15分钟的时间。在模制组合物时,通常使用约700kPa-20,000kPa,优选地约3400kPa-6800kPa的压力。首先可以用脱模剂涂覆模具并进行预烘干。

[0070] 模制的硫化橡胶可以在约140℃-240℃的温度下,优选地在约160℃-230℃的温度下于烘箱中进行后固化约1小时-24小时或更长的时间,这取决于样本的横截面厚度。对于厚的部件,在后固化期间,通常将温度从所述范围的下限逐步升高到期望的最高温度。所用的最高温度优选地为约260℃,并且要在该值下保持约1小时或更长时间。

[0071] 本发明的组合物可以用于制品诸如软管、垫圈或密封件中。这些组合物可以固化或可以不固化。

[0072] 本公开的示例性实施例包括但不限于下列:

[0073] 实施例1.一种组合物,所述组合物包含:

[0074] (i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶;以及

[0075] (ii) 基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体。

[0076] 实施例2.根据实施例1所述的组合物,其中部分氟化的聚合物具有玻璃化转变温度,并且离子液体的添加基本上不改变玻璃化转变温度。

[0077] 实施例3.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于0.01重量%并且小于1.0重量%。

[0078] 实施例4.根据实施例1-实施例2中任一项所述的组合物,其中基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于1.0重量%并且小于10.0重量%。

[0079] 实施例5.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中部分氟化的聚合物为共聚物。

[0080] 实施例6.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中离子液体具有约100℃或更小的熔点。

[0081] 实施例7.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中部分氟化的聚合物衍生自选自四氟乙烯、氟乙烯、偏二氟乙烯、六氟丙烯、五氟丙烯、三氟乙烯、三氟氯乙烯、全氟烷基乙烯基醚、全氟烷基烯丙基醚、全氟烷氧基乙烯基醚和全氟烷氧基烯丙基醚中的至少一种的一种或多种氟化单体。

[0082] 实施例8.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中部分氟化的聚合物为偏二氟乙烯/六氟丙烯共聚物、四氟乙烯/偏二氟乙烯/六氟丙烯共聚物、四氟乙烯/丙烯共聚物、四氟乙烯/偏二氟乙烯/PMVE共聚物、四氟乙烯/偏二氟乙烯/丙烯共聚物、三氟氯乙烯/偏二氟乙烯共聚物、或乙烯/六氟丙烯共聚物。

[0083] 实施例9.根据实施例1至7中任一项所述的组合物,条件是部分氟化的聚合物不是偏二氟乙烯/六氟丙烯共聚物。

[0084] 实施例10.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中离子液体的阴离子包含全氟烷基。

[0085] 实施例11.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中离子液体的阳离子部分选自N-乙基-N'-甲基咪唑𬰟、N-甲基-N-丙基哌啶𬰟、N,N,N-三甲基-N-丙基铵、N-甲基-N,N,N-三丙基铵、N,N,N-三甲基-N-丁基铵、N,N,N-三甲基-N-甲氧基乙基铵、N-甲基-N,N,N-三(甲氧基乙基)铵、N-甲基-N,N,N-三丁基铵、N,N,N-三甲基-N-己基铵、N,N-二乙基-N-甲基-N-(2-甲氧基乙基)铵、1-丙基-四氢噻吩𬰟、1-丁基-四氢噻吩𬰟、缩水甘油基三甲基铵、N-乙基-N-甲基吗啉𬰟、N,N,N-三辛基铵、N-甲基-N,N,N-三辛基铵、N-甲基-N,N,N-三丁基铵、N,N-二甲基-N-辛基-N-(2-羟乙基)铵以及它们的组合。

[0086] 实施例12.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中离子液体的阴离子部分选自双(三氟甲磺酰基)亚胺阴离子、双(五氟乙磺酰基)亚胺阴离子、双(七氟丙磺酰基)亚胺阴离子、双(九氟丁磺酰基)亚胺阴离子、三氟甲磺酸根、五氟乙磺酸根、七氟丙磺酸根、九氟丁磺酸根、三(三氟甲磺酰基)甲基阴离子、三(五氟乙磺酰基)甲基阴离子、三(七氟丙磺酰基)甲基阴离子、三(九氟丁磺酰基)甲基阴离子以及它们的组合。

[0087] 实施例13.根据先前实施例中任一项所述的组合物,其中部分氟化的聚合物进一步包括固化部位,其中固化部位选自溴、碘和氮固化结构部分中的至少一种。

[0088] 实施例14.根据实施例13所述的组合物,其中固化部位选自衍生自以下项中的至少一种的固化部位单体: $\text{CF}_2=\text{CFBr}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CHBr}$ 、 $\text{ICF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 CH_2I_2 、 $\text{BrCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_3\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCF}_2\text{CF}_2\text{Br}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCI}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHI}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFI}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CF}_2)_6\text{CH}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{I}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_3\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{I}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHBr}$ 、 $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFCH}_2\text{Br}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2)_5\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ 、 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CN}$ 和 $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CN}$ 。

[0089] 实施例15.根据实施例13至14中任一项所述的组合物,其中部分氟化的弹性体胶为可固化的过氧化物。

[0090] 实施例16.根据先前实施例中任一项所述的组合物,进一步包括过氧化物,并且任选地包括交联助剂。

[0091] 实施例17.根据实施例16所述的组合物,其中所述过氧化物选自以下中的至少一种:过氧化苯甲酰、二氯过氧化苯甲酰、二枯基过氧化物,2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧)己烷、过氧化二叔丁基、叔丁基过氧苯甲酸酯和2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧)己烷-3、月桂基过氧化物。

[0092] 实施例18.根据实施例13至14中任一项所述的组合物,其中部分氟化的弹性体胶为可固化的双酚或胺。

[0093] 实施例19.根据前述实施例中任一项所述的组合物,进一步包括双酚A。

[0094] 实施例20.根据前述实施例中任一项所述的组合物,进一步包括无机填料。

[0095] 实施例21.根据实施例20所述的组合物,其中无机填料选自炭黑、石墨、粘土、二氧化硅、滑石、硅藻土、硫酸钡、硅灰石、碳酸钙、氟化钙、氧化钛和氧化铁中的至少一种。

[0096] 实施例22.根据前述实施例中任一项所述的组合物,其中组合物包含小于20重量%的无机填料。

[0097] 实施例23.根据前述实施例中任一项所述的组合物,进一步包括选自PTFE粉末和PFA粉末中的至少一种的有机填料。

[0098] 实施例23.根据前述实施例中任一项所述的组合物,其中所述组合物为非导电的。

[0099] 实施例24.一种制品,所述制品包含根据前述实施例中任一项所述的组合物。

[0100] 实施例25.一种固化制品,所述固化制品包含根据实施例1至23中任一项所述的组合物。

[0101] 实施例26.根据实施例25所述的固化制品,其中固化制品为软管、垫圈或密封件。

[0102] 实施例27.一种方法,所述方法包括共混 (i) 包含部分氟化的聚合物的部分氟化的弹性体胶和 (ii) 基于所述部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体。

[0103] 实施例28.根据实施例27所述的方法,其中部分氟化的聚合物具有玻璃化转变温度,并且离子液体的添加基本上不改变玻璃化转变温度。

[0104] 实施例29.根据实施例27至28中任一项所述的方法,其中基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于0.01重量%并且小于1.0重量%。

[0105] 实施例30.根据实施例27至28中任一项所述的方法,其中基于离子液体和部分氟化的聚合物的总重量,离子液体的量大于1.0重量%并且小于10.0重量%。

[0106] 实施例31.根据实施例27至30中任一项所述的方法,其中部分氟化的聚合物为共聚物。

[0107] 实施例32.根据实施例27至31中任一项所述的方法,其中离子液体具有约100℃或更小的熔点。

[0108] 实施例33.根据实施例27至32中任一项所述的方法,条件是部分氟化的聚合物不是偏二氟乙烯/六氟丙烯共聚物。

[0109] 实施例34.根据实施例27至33中任一项所述的方法,其中离子液体的阴离子包含全氟烷基。

[0110] 实施例35.根据实施例27至34中任一项所述的方法,进一步包括用选自过氧化物体系、多元醇体系、聚胺体系中的至少一种的固化体系来固化部分氟化的弹性体胶。

[0111] 实施例36.根据实施例25的固化制品作为软管、垫圈或密封件的用途。

[0112] 实施例37.一种组合物,所述组合物包含:

[0113] (i) 包含部分氟化的聚合物的固化的部分氟化的弹性体;以及

[0114] (ii) 基于部分氟化的聚合物和离子液体的总重量小于10重量%的离子液体。

[0115] 实施例38.根据实施例37所述的组合物,其中固化的部分氟化的聚合物具有玻璃化转变温度,并且离子液体的添加基本上不改变玻璃化转变温度。

[0116] 实例:

[0117] 以下实例进一步说明了本公开的优点和实施例,但是这些实例中所提到的具体材料及其量以及其它条件和细节均不应被解释为对本发明的不当限制。除非另外指明,否则在这些实例中,所有百分比、比例和比率均按重量计。

[0118] 除非另外指出或是显而易见的,否则所有材料可例如从威斯康星州密尔沃基市的

西格玛奥德里奇化学公司商购获得或是本领域技术人员已知的。

[0119] 这些缩写用于以下实例中:dNm=十分之一牛顿米;g=克、kg=千克、min=分钟、mol=摩尔、cal=卡路里、cc=立方厘米、cm=厘米、min=分钟、mm=毫米、mL=毫升、L=升、N=牛顿、psi=压力每平方英寸、MPa=兆帕、rad/s=弧度每秒和wt=重量、MU=门尼单位、PAVE=全氟烷基乙烯基醚、E#=实例编号和CE#=比较例编号、S=西门子、以及phr=重量份每一百重量份橡胶。

[0120] 材料表

[0121]

名称	来源
F1	66 重量%F 高门尼粘度(110MU)VDF/HFP 共聚物,可以商品名“3M DYNEON FC 2178”得自明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN),其包含约 78mol% VDF 和约 22mol% HFP
F2	66 重量%F 低门尼粘度(28MU)VDF/HFP 共聚物,可以商品名“3M DYNEON FC 2145”得自 3M 公司,其包含约 78% VDF 和约 22mol% HFP
F3	VDF/HFP 共聚物门尼粘度(25MU)VDF/HFP 共聚物,可以商品名“3M DYNEON FC 2162”得自 3M 公司,其包含约 78% VDF 和约 22mol% HFP
F4	TFE/VDF 和 HFP 的 67 重量% F 三元共聚物,可以商品名“3M DYNEON FPO 3730”从明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN)商购获得
F5	TFE/VDF 和 HFP 的 69.5 重量%F 三元共聚物,可以商品名“3M DYNEON FPO 3740”从明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN)商购获得
F6	TFE、VDF 和 PAVE 的 67 重量%F 三元共聚物,可以商品名“3M DYNEON LIFE-6400”得自明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN)
F7	66 重量%F 高门尼粘度(142MU)VDF/HFP 共聚物,可以商品名“3M DYNEON FC 2299”得自明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN),其包含约 78mol% VDF 和约 22mol% HFP
F8	66 重量%F 中低粘度(23MU)VDF/HFP 固化掺入凝胶,可以商品名“3M DYNEON FC 2120”得自明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN)
IL#1	三-正-丁基甲基铵双-(三氟甲基磺酰基)酰亚胺; (n-C ₄ H ₉) ₃ (CH ₃)N ⁺ N(SO ₂ CF ₃) ₂ ,可以商品名“3M 离子液体 Antitstat FC-4400”从明尼苏达州圣保罗市的 3M 公司(3M Co., St. Paul, MN)商购获得
IL#2	1-乙基-3-甲基咪唑鎓双(三氟甲基磺酰基)酰亚胺,可以商品名“EMI-TFST”从日本东京的和光纯药工业株式会社(Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Tokyo, Japan)商购获得。
碳	炭黑,可以商品名“THERMAX FLOFORM N-990”得自加拿大梅迪辛哈特的坎卡博有限公司(CanCarb Ltd., Medicine Hat, Canada)
固化 1	乙醇中双酚 AF (4,4'-[2,2,2-三氟-1-(三氟甲基)亚乙基]双苯酚(得自奥德里奇化学公司(Aldrich Chem.Co.))的 70 重量%溶液。
固化 2	双酚 AF 与苯、氯和氯化硫(S ₂ Cl ₂)(CAS RN [921213-47-0])的反应产物的 43 重量%溶液
固化 3	甲醇中三苯基苯基鎓与双酚 AF 的 1:1 复合物的 43 重量%溶液。
固化 4	2,5-二甲基-2,5-二(叔丁基过氧)己烷,50%活性,可以商品名“VAROX DBPH-50”得自康涅狄格州诺瓦克的范德比尔特化学有限责任公司(Vanderbilt Chemicals, LLC., Norwalk, CT)
助剂	98%的异氰尿酸三烯丙酯,可以商品名“TAIC”得自日本的日本化成株式会社(Nippon Kasei, Japan)
MgO	氧化镁,可以商品名“ELASTOMAG 170”得自马萨诸塞州丹佛斯的莫顿国际有限公司(Morton International, Inc., Danvers, MA.)
Ca(OH) ₂	氢氧化钙,可以商品名“氢氧化钙 HP-XL”得自伊利诺伊州芝加哥的赫斯塔公司(Hallstar Co., Chicago, IL.)

[0122] 测试

[0123] 门尼粘度

[0124] 按照如在ASTM D-1646-07“橡胶粘度、应力松弛及预硫化特性(门尼粘度计)的标准试验方法”中所公开的过程来测试混配制剂的门尼粘度。预热时间为在121℃下1min并且测试时间为在121℃下10min。

[0125] MDR

[0126] 通过使用具有MDR(移动模具流变仪)模式的阿尔法科技RPA2000和在ASTM D 5289-95中描述的过程来测试未固化的混配混合物,以研究混配含氟弹性体胶样本的固化流变特性,所述程序为在177℃下,无预热,12分钟实耗时间,研究样本的固化流变性,记录0.5℃弧的最小扭矩(ML)和最大扭矩(MH),即,在当无平台值或最大值获得时的特定时间内记录所达到的最大扭矩。还记录:Ts2(扭矩在ML上增加2个单位的时间),T50(扭矩达到ML+0.5[MH-ML]的时间)和T90(扭矩达到ML+0.9[MH-ML]的时间)。

[0127] 物理特性

[0128] 按照如在关于断裂后的拉伸形变(Tb)和%断裂伸长率(Eb)的ASTM D 412-06a“硫化橡胶和热塑性弹性体-拉伸的标准试验方法”和关于邵氏A硬度(HS)的ASTM D 2240-05“橡胶特性-硬度计硬度的标准试验方法”中所公开的类似过程,测试固化的含氟弹性体胶(固化片材)的物理特性。

[0129] 压缩形变

[0130] 按照如在ASTM D 395-03“橡胶特性-压缩形变的标准试验方法”中所公开的类似过程,测试固化的含氟弹性体胶(固化扣形物)的压缩形变。

[0131] 玻璃化转变温度

[0132] 通过根据ASTM D 6204-07“标准橡胶试验方法-使用无转子剪切流变仪来测量未硫化流变特性”,使用动态力学分析仪AR 2000EX(由特拉华州纽卡斯尔的TA仪器(TA Instruments, New Castle, DE)制造),对通过损耗模量(G'')除以储能模量(G')计算的tanδ的峰值温度确定玻璃化转变温度。扭转矩形夹钳与环境试验室(ETC)用作夹具。矩形样本的尺寸约为2mm厚,6.4mm宽和24.5mm长。通过以5℃/分钟的速率和1.0Hz(6.3rad/s)的频率(ω)以及5%的染色,用从-60℃到25℃的温度扫描来测量储能模量(G')和损耗模量(G'')。

[0133] 电阻率和电导率

[0134] 通过用按照如在ASTM D 257-07“绝缘材料的DC电阻或电导系数的标准试验方法”中所公开的类似过程,在10伏特下使用电阻/电阻率计(作为用803B型检验的872型“宽范围电阻计”得自宾夕法尼亚州格伦赛德的电子科技系统有限公司(Electro-Tech Systems, Inc., Glenside, PA))测试后,检验固化片材研究样本的体积电阻率和电导率。

[0135] 实例1A至实例8B(E1A至E8B)和比较例1至比较例8(CE1至CE8)。

[0136] 在制备实例和比较例的含氟弹性体胶中使用的材料的量在下表1-表4中示出,其中量以重量份给定。

[0137] 为了制备含氟弹性体胶,在6英寸(152mm)直径的开放式辊轧机上将含氟聚合物、离子液体和固化1、固化2或固化3(如果使用的话)混配在一起。在混合物均匀后,使用上述“门尼粘度”方法测量门尼粘度。样本的门尼粘度在下表5-表8中示出。然后,如果使用的话,将碳、固化4、助剂、MgO和Ca(OH)₂放置在聚合物带的中心并且在两个辊轧机上再次混配。

[0138] 表1

[0139]

材料	比较例 1	实例 1A	实例 1B	实例 1C	实例 1D	实例 1E	实例 1F	实例 1G	比较例 7	实例 7
F1	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
IL#1	0	0.1	0.2	0.5	1	2.5	5	10	0	0
IL#2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.1
固化 1	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
固化 2	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21	1.21
固化 3	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82

[0140] 表2

[0141]

材料	比较例 2	实例 2	比较例 3	实例 3	比较例 4	实例 4A	实例 4B	实例 4C	实例 4D
F2	100	100	0	0	0	0	0	0	0
F3	0	0	100	100	0	0	0	0	0
F4	0	0	0	0	100	100	100	100	100
IL#1	0	0.1	0	0.1	0	0.1	1	5	10
固化 1	2.5	2.5	2.5	2.5	0	0	0	0	0
固化 2	1.21	1.21	1.21	1.21	0	0	0	0	0
固化 3	0.82	0.82	0.82	0.82	0	0	0	0	0
固化 4	0	0	0	0	2	2	2	2	2
助剂	0	0	0	0	3	3	3	3	3
碳	30	30	30	30	35	35	35	35	35
MgO	3	3	3	3	0	0	0	0	0
Ca(OH) ₂	6	6	6	6	0	0	0	0	0

[0142] 表3

[0143]

材料	比较例 5	实例 5A	实例 5B	比较例 6	实例 6A	实例 6B	实例 6C
F5	100	100	100	0	0	0	0
F6	0	0	0	100	100	100	100
IL#1	0	1	5	0	1	5	10
固化 4	2	2	2	2	2	2	2
助剂	3	3	3	3	3	3	3
碳	35	35	35	35	35	35	35

[0144] 表4

[0145]

材料	比较例8	实例8A	实例8B
F7	100	100	100
IL#1	0	5	10
固化1	1.72	1.72	1.72
固化2	0.78	0.78	0.78

[0146] 然后按照上述“MDR”方法测试以上混配的含氟弹性体胶样本的固化特性。结果在下表5-表8中示出。

[0147] 为了物理特性测量,在表5-表8所指示的温度和时间下使用15cm×15cm、2mm厚的模具对混配含氟弹性体胶样本加压固化。然后,在表5-表8所指示的温度和时间下后固化所述经加压固化片材。用ASTM Die D从固化片材切割用于物理特性的哑铃状物。使用上述“物理特性”方法测试该加压固化并且然后后固化的样本的物理特性。还使用上述“玻璃化转变温度”和“电阻率和电导率”方法测试后固化片材样本。结果在表5-表8中示出。

[0148] 为了压缩形变测试,在表5-表8所指示的温度和时间下使用具有0.5英寸(12.5mm)厚1英寸(25mm)直径的模具对混配含氟弹性体胶样本进行加压固化。然后,在表5-表8所指示的温度和时间下后固化经加压固化的扣形物。使用上述“压缩形变”方法测试加压固化且后固化的样本的抗压永久变形性能。结果在表5-表8中示出。

[0149] 表5

[0150]

测试	比较例1	实例1A	实例1B	实例1C	实例1D	实例1E	实例1F	实例1G	比较例7	实例7
门尼粘度(MU)	88.5	78.9	79.9	77.6	69.6	71.9	62.4	50.1	88.5	77.9
MDR 177℃ ×12 分钟	ML(dNm)	3.3	3.6	3.7	3.7	4.2	3.6	3.3	2.8	4.3
	MH(dNm)	24.1	31.3	31.3	31.3	34.8	32.4	31.3	28.4	34.2
	损耗角 正切值 ML	0.5	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.5	0.5
	损耗角 正切值 MH	0.035	0.037	0.033	0.036	0.041	0.045	0.041	0.023	0.041
	Ts2(分钟)	3.1	1.9	1.9	1.6	0.9	1.0	0.7	0.6	2.3
	T50(分钟)	4.5	3.0	3.2	2.6	1.4	1.5	1.0	0.8	4.0
	T90(分钟)	5.7	4.3	4.2	3.4	1.9	1.9	1.3	1.1	6.5
固化条件: 加压固化(片材)在 177℃下固化 12 分钟 加压固化(扣形物)在 160℃下固化 20 分钟 后固化 230℃下固化 24 小时。										
物理特性	HS	80	75	74	73	77	76	74	76	79
	Tb[MPa]	15.6	13.1	15.4	14.2	16.5	13.6	13.7	12.7	15.4
	Eb[%]	164	159	190	168	199	175	173	184	202
	模量[MPa]	9.7	8.2	8	7.8	7.6	7.7	8.2	6.4	7.2
电阻率(Ω·cm)	1.2×10^{12}	6.4×10^{11}	1.8×10^{11}	7.1×10^{10}	NT	NT	NT	NT	NT	NT
电导率(S/cm)	8×10^{-11}	1.6×10^{-10}	5.6×10^{-10}	1.4×10^{-9}	NT	NT	NT	NT	NT	NT
玻璃化转变温度(℃)	-11	NT	NT	NT	-9.4	NT	-9.5	NT	NT	NT
当在 200℃下保持压缩 70 小时时的压缩形变特性										
3 个测试的平均值	8.3	10.6	9.3	10.5	12.6	13.2	14.3	13.9	7.0	13.1
1	8.3	11.2	9.1	10.5	13.6*	12.3	15.1	14.3	5.9	13.6
2	8.0	11.5	10.0	10.9	11.6	13.1	13.6	13.5	7.9	13.0
3	8.7	9.2	8.7	10.2	12.6	14.1	14.3	14.0	7.3	12.6

[0151] *指示分体式

[0152] NT指示未测试

[0153] 表6

[0154]

测试		比较 例 2	实例 2	比较 例 3	实例 3	比较 例 4	实例 4A	实例 4B	实例 4C	实例 4D
门尼粘度 (MU)		25.7	25.9	23.4	23.1	38.1	36.9	37	33.3	25.6
MDR 177 ℃ ×12 分钟	ML (dNm)	0.8	0.8	0.6	0.6	1.1	0.9	1.0	0.8	0.6
	MH (dNm)	24.0	24.4	8.0	9.1	17.5	18.4	18.4	14.8	11.8
	损耗角 正切值 ML	1.2	1.2	1.2	1.2	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
	损耗角 正切值 MH	0.042	0.045	0.132	0.129	0.092	0.086	0.089	0.093	0.094
	Ts2 (分钟)	4.9	4.5	13.5	11.4	0.7	0.6	0.6	0.6	0.6
	T50 (分钟)	6.2	5.6	14.9	12.8	1.2	1.1	1.0	0.9	0.9
	T90 (分钟)	9.5	8.8	21.4	19.1	4.2	3.7	3.5	3.1	3.0
固化条件和特性										
加压固化 (片材)		177℃下 12 分钟		180℃下 30 分钟		170℃下 15 分钟				
加压固化(扣形物)		177℃下 20 分钟		180℃下 30 分钟		170℃下 15 分钟				
后固化		230℃下 24 小时		230℃下 24 小时		200℃下 8 小时				
物理 特性	HS	78	78	68	72	73	70	72	68	63
	Tb[MPa]	13.6	13.0	9.2	9.1	18.9	19.0	19.3	15.0	14.2
	Eb[%]	214	224	331	321	240	241	247	245	306
	模量[MPa]	5.5	5.3	2.3	2.4	4.2	4.1	4.5	3.5	2.2
电阻率 (Ω-cm)		1.1× 10 ¹²	2.3× 10 ¹¹	6.4× 10 ¹²	1.1× 10 ¹¹	2.5× 10 ¹³	NT	NT	2.1× 10 ¹⁰	NT
电导率 (S/m)		9.1× 10 ⁻¹¹	4.3× 10 ⁻¹⁰	1.6× 10 ⁻¹¹	9.4× 10 ⁻¹⁰	4× 10 ⁻¹²	NT	NT	4.7× 10 ⁻⁹	NT
在 200℃下保持压缩 70 小时的压缩形变										
3 个测试的平均值		11.0	10.4	25.1	26.5	18.8	15.0	11.5	14.4	16.6
1		11.2	11.3	24.4	25.8	18.8	15.4	11.6	13.3	15.9
2		11.2	10.6	24.1	24.9	18.0	14.8	11.5	14.2	16.5
3		10.7	9.3	26.7*	28.9*	19.6	14.9	11.5	15.6	17.3
在 200℃下保持压缩 168 小时的压缩形变										
3 个测试的平均值		NT				28	25	20	22	27
1						29	25	20	23	27
2						27	25	19	21	25
3						29	25	20	23	28

[0155] *指示分体式

[0156] NT指示未测试

[0157] 表7

[0158]

测试		比较例 5	实例 5A	实例 5B	比较例 6	实例 6A	实例 6B	实例 6C
门尼粘度 (MU)		41	35.4	21.5	99.7	79.9	58.9	29.2
MDR 177℃× 12 分钟	ML (dNm)	1.7	1.0	0.9	3.2	3.0	2.6	2.2
	MH (dNm)	20.8	20.6	16.9	12.4	11.9	10.5	8.9
	损耗角 正切值 ML	0.9	0.8	0.8	0.5	0.4	0.4	0.4
	损耗角 正切值 MH	0.098	0.090	0.080	0.099	0.101	0.086	0.087
	Ts2 (分钟)	0.5	0.5	0.5	0.7	0.7	0.7	0.8
	T50 (分钟)	0.9	0.8	0.8	1.0	1.0	1.0	1.0
	T90 (分钟)	3.0	2.7	2.7	3.4	3.0	3.1	3.3
固化条件：加压固化（片材）在 170℃下固化 15 分钟 加压固化（扣形物）在 170℃下固化 15 分钟 后固化在 200℃下固化 8 小时。								
物理特 性	HS	76	75	71	63	60	58	53
	Tb[MPa]	19	18.1	11.3	8.6	10.3	6.8	2.8
	Eb[%]	194	229	278	185	187	232	176
	模量[MPa]	6.73	5.68	2.96	2.99	3.80	2.08	1.17
电阻率 (Ω-cm)		7.1×10^{12}	1.2×10^8	1.6×10^7	1.1×10^{12}	1.8×10^{10}	4.3×10^8	7.8×10^6
电导率 (S/m)		1.4×10^{-11}	8×10^{-7}	6.1×10^{-6}	9.4×10^{-11}	5.6×10^{-9}	2.3×10^{-7}	1.3×10^{-5}
当在 200℃下保持压缩 70 小时时的压缩形变特性								
3 个测试的平均值		18.5	15.8	20.2	19.4	15.8	19.2	未测试
1		17.4	15.5	19.5	19.7	15.8	19.0	
2		19.0	16.2	20.5	18.9	15.3	19.3	
3		19.0	15.8	20.7	19.6	16.3	19.4	

[0159] 表8

[0160]	测试		比较例 8	实例 8A	实例 8B
	门尼粘度 (MU)		101.7	73.7	52.1
	MDR 177℃× 12 分钟	ML (dNm)	4.1	3.2	2.4
		MH (dNm)	32.1	32.1	28.2
		损耗角正切值 MH	0.036	0.034	0.03
		Ts2 (分钟)	1.7	0.7	0.5
		T50 (分钟)	2.6	0.9	0.6
		T90 (分钟)	3.4	1.2	0.8
	固化条件: 加压固化在 170℃下固化 15 分钟 后固化在 200℃下固化 8 小时。				
	物理特性	HS	74	77	74
		Tb[MPa]	17	13.2	10.4
		Eb[%]	185	144	126
		模量[MPa]	8.1	9.3	8.4
	电阻率 (Ω-cm)		9.9×10^{12}	2.1×10^9	1×10^9
	电导率 (S/m)		1×10^{-11}	4.7×10^{-8}	9.7×10^{-8}
	玻璃化转变温度 (℃)		6.3	6.3	6.3
	当在 200℃下保持压缩 70 小时时的压缩形变特性 加压固化在 170℃下固化 15 分钟 后固化在 200℃下固化 8 小时。				
	3 个测试的平均值		15.4	17.9	17.5
	1		15.5	17.9	17.7
	2		15.4	17.7	17.7
	3		15.4	17.9	17.2

[0161] 实例9-实例14

[0162] 研究固化剂在离子液体中的溶解度。将如下所述的固化剂和离子液体放置在玻璃广口瓶中。然后,除非另外指明,否则将玻璃广口瓶放置在23℃下的辊(2.4rpm)上一小时。移除玻璃广口瓶并且目视检查内容物。下面示出所用的固化剂和离子液体的量以及目视检查的结果。

[0163] 实例9:在玻璃广口瓶中,通过将0.1克双酚AF(固体)添加到9.9克IL#1制得1%的溶液。所得溶液为澄清且无色的。

[0164] 实例10:在玻璃广口瓶中,通过将1.0克双酚AF(固体)添加到9.0克IL#1制成10%的溶液。所得溶液为澄清且无色的。

[0165] 实例11:在玻璃广口瓶中,通过将2.0克双酚AF(固体)添加到8.0克IL#1制成20%的溶液。在16小时后在40℃下的辊上,所得溶液为澄清且无色的。

[0166] 实例12:在玻璃广口瓶中,通过将0.1克氯化苄基三苯基磷(固体)添加到9.9克IL#1制成1%的溶液。在16小时后在40℃下的辊上,所得溶液为澄清且无色的。

[0167] 实例13:在玻璃广口瓶中,通过将1.0克氯化苄基三苯基磷(固体)添加到9.0克IL#1制成10%的溶液。所得溶液为白色且浑浊的,这指示固化剂没有完全溶解。

[0168] 实例14:在玻璃广口瓶中,用IL#1中0.1克固化2而制成1%的溶液。在16小时后在40℃下的辊上,所得溶液为澄清且无色的。

[0169] 实例15:在玻璃广口瓶中,用IL#1中0.1克三苯基苄基磷与双酚AF(固体)的1:1复

合物而制成1%的溶液。16小时后,在40℃下的辊上,所得溶液为无色且混浊的,这指示固化剂几乎完全溶解。

[0170] 实例16 (E16)、实例17 (E17) 和比较例 (CE7):如实例1A来制备化合物。用于制备实例和比较例的含氟弹性体胶的材料的量在下表9中示出,其中量以重量份给定。然后按照上述“MDR”方法测试以上混配的含氟弹性体胶样本的固化特性。结果示于下表10中。

[0171] 表9

	材料	实例 16	实例 17	比较例 7
[0172]	F8	100	100	100
	IL#1	1.0	2.0	0
	碳	30	30	30
	MgO	10	10	10

[0173] 表10

	测试		实例 16	实例 17	比较例 7
	门尼粘度 (MU)		23		
[0174]	MDR 177℃×60 分 钟	ML (dNm)	0.8	0.7	0.6
		MH (dNm)	19.9	22.3	22.0
		损耗角正切值 ML	1.3	1.3	1.4
		损耗角正切值 MH	0.076	0.066	0.057
		Ts2 (分钟)	6.0	5.0	4.8
		T50 (分钟)	10.0	9.2	8.5
		T90 (分钟)	20.3	18.4	18.0

[0175] 在不脱离本发明的范围和实质的前提下,本发明的可预知修改和更改对于本领域技术人员来说将显而易见。本发明不应受限于在本专利申请中为了进行示意性的说明所示出的实施例。