



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102618039 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 06

(21) 申请号 201210020712. 0

C08J 3/24(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 01. 18

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

2011-014147 2011. 01. 26 JP

CN 1923900 A, 2007. 03. 07,

CN 101893727 A, 2010. 11. 24,

CN 101747613 A, 2010. 06. 23,

CN 101679734 A, 2010. 03. 24,

CN 101463173 A, 2009. 06. 24,

WO 2008111718 A1, 2008. 09. 18,

(73) 专利权人 信越化学工业株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 吉田政行

审查员 叶坤

(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 李帆

(51) Int. Cl.

C08L 83/07(2006. 01)

C08L 83/06(2006. 01)

C08L 83/05(2006. 01)

C08K 5/14(2006. 01)

C08K 3/36(2006. 01)

权利要求书1页 说明书10页

(54) 发明名称

光漫射性二甲基硅橡胶组合物

(57) 摘要

本发明提供光漫射性二甲基硅橡胶组合物，其特征在于，所述光漫射性二甲基硅橡胶组合物是具有每1分子2个以上的与分子链两末端和/或分子链中途的硅原子键合的烯基或分子链两末端被每1分子2个以上的羟基或烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷或该二甲基聚硅氧烷和无机填充剂或该二甲基聚硅氧烷、无机填充剂和润湿剂构成的透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物100质量份中添加、分散平均粒径为1~150 μm的微小玻璃珠构成的光漫射剂0.1~50质量份而成的。所述光漫射性硅橡胶组合物提供可成为高全光线透射率和优异的光漫射性兼具的固化物的光漫射性二甲基硅橡胶组合物，将其成形而成的光漫射性硅橡胶成形物具有硅橡胶的柔软性且具有可使用的温度范围极宽的特征。

1. 光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 特征在于, 其是在 100 质量份透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物中添加、分散平均粒径为 $1 \sim 150 \mu\text{m}$ 的微小玻璃珠构成的 0.1 ~ 50 质量份光漫射剂以及 0.01 ~ 20 质量份抗静电剂而成的,

所述未交联的二甲基硅橡胶配合物包含: 具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基或分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷, 或该二甲基聚硅氧烷和无机填充剂, 或该二甲基聚硅氧烷、无机填充剂和润湿剂。

2. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 交联形态为加成交联型、有机过氧化物交联型或缩合交联型。

3. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 二甲基聚硅氧烷具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基, 同时, 该组合物含有在一分子中在分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子上具有 2 个以上 SiH 基的有机氢聚硅氧烷和铂族金属化合物作为固化剂。

4. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 二甲基聚硅氧烷具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基, 同时, 该组合物含有有机过氧化物作为固化剂。

5. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 二甲基聚硅氧烷的分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或烷氧基封端, 该组合物含有有机氧基硅烷或其部分水解缩合物作为固化剂。

6. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物提供对厚度 2mm 的片状固化物进行测定的全光线透射率为 70% 以上的固化物。

7. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 其中, 上述光漫射性二甲基硅橡胶组合物的 2mm 厚度的固化成形品的全光线透射率为 50% 以上, 漫射光线透射率为 45% 以上, 雾度值为 90 以上。

8. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 特征在于, 对上述光漫射性二甲基硅橡胶组合物的 2mm 厚度固化成形品照射 He-Ne 激光的情形下, 将光散射光斑直径光散射成入射光束直径的 5 倍以上。

9. 根据权利要求 1 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 抗静电剂为含锂盐离子导电剂。

10. 根据权利要求 9 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物, 含锂盐离子导电剂选自 LiBF_4 、 LiClO_4 、 LiPF_6 、 LiAsF_6 、 LiSbF_6 、 LiSO_3CF_3 、 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 、 $\text{LiSO}_3\text{C}_4\text{F}_9$ 、 $\text{LiC}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_3$ 和 $\text{LiB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ 。

光漫射性二甲基硅橡胶组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其适于照明罩、照明广告牌、液晶显示器的背光光漫射板或背光导光板、透射型屏幕等以光的漫射为目的的部件。

背景技术

[0002] 以往,作为光漫射性树脂组合物,使用在透明性高的(甲基)丙烯酸系树脂、聚碳酸酯系树脂、聚酯系树脂、聚氨酯系树脂等热塑性粘合剂树脂或环氧树脂、脲树脂、有机硅树脂、氟树脂等中添加、分散碳酸钙、硫酸钡、氢氧化铝、二氧化钛、玻璃等无机系微粒而成的树脂,但具有其固化物的全光线透射率显著降低的问题。

[0003] 另外,作为不损害全光线透射率而得到高光漫射性的光漫射剂,提出有交联聚甲基丙烯酸甲酯、交联聚苯乙烯、交联甲基丙烯酸甲酯·苯乙烯共聚物、有机硅树脂等有机系树脂粉体(参照专利文献1~9:日本特开平1-172801号公报、日本特开2005-247999号公报、日本特开2005-298710号公报、日本特开2005-320380号公报、日本特开2006-339581号公报、日本特开2006-37008号公报、日本特开2006-84927号公报、日本特开2008-192880号公报、日本特开2009-103892号公报)。

[0004] 但是,以往的光漫射性树脂的粘合剂树脂为硬质的热塑性树脂,未公开使用了柔软的橡胶质的粘合剂树脂的树脂。在照明器具或显示器中应用包含硬质树脂的光漫射性树脂成形物的情况下,不能否认由于冲击产生的破损对身体造成危害的可能性,但只要是包含硅橡胶的光漫射性树脂成形物,则危险性大大降低。

[0005] 另外,以往作为光漫射性树脂的粘合剂树脂使用的热塑性树脂具有以下缺点:低温特性及耐热性缺乏,可使用的温度范围窄。

发明内容

[0006] 发明要解决的课题

[0007] 本发明是鉴于上述情况而完成的,其目的在于提供光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其提供耐候性优异、全光线透射率和光漫射性兼具的固化物。

[0008] 用于解决课题的手段

[0009] 本发明人为了实现上述目的进行了潜心研究,结果发现,通过在透明性较高的(透明或半透明的)未交联的二甲基硅橡胶配合物中添加、分散由微小玻璃珠构成的光漫射剂,可得到光漫射性二甲基硅橡胶组合物,所述光漫射性二甲基硅橡胶组合物提供可在-60℃左右的低温直至200℃左右的高温下使用的可使用温度范围极宽、具有硅橡胶的柔软性、耐候性优异且高全光线透射率和优异的光漫射性兼具的固化物,以至完成了本发明。

[0010] 因此,本发明提供下述光漫射性二甲基硅橡胶组合物。

[0011] [1] 光漫射性二甲基硅橡胶组合物,特征在于,其是在100质量份透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物中添加、分散平均粒径为1~150 μm的微小玻璃珠构成的光

漫射剂 0.1 ~ 50 质量份而成的,所述未交联的二甲基硅橡胶配合物包含:具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基或分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷,或该二甲基聚硅氧烷和无机填充剂,或该二甲基聚硅氧烷、无机填充剂和润湿剂。

[0012] [2] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,交联形态为加成交联型、有机过氧化物交联型或缩合交联型。

[0013] [3] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,二甲基聚硅氧烷具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基,同时,该组合物含有在一分子中在分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子上具有 2 个以上 SiH 基的有机氢聚硅氧烷和铂族金属化合物作为固化剂。

[0014] [4] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,二甲基聚硅氧烷具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基,同时,该组合物含有有机过氧化物作为固化剂。

[0015] [5] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,二甲基聚硅氧烷的分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或烷氧基封端,该组合物含有有机氧基硅烷或其部分水解缩合物作为固化剂。

[0016] [6] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物提供对厚度 2mm 的片状固化物进行测定的全光线透射率为 70% 以上的固化物。

[0017] [7] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其中,上述光漫射性二甲基硅橡胶组合物的 2mm 厚度的固化成形品的全光线透射率为 50% 以上,漫射光线透射率为 45% 以上,雾度值为 90 以上。

[0018] [8] 根据 [1] 所述的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,其特征在于,对上述光漫射性二甲基硅橡胶组合物的 2mm 厚度固化成形品照射 He-Ne 激光的情形下,将光散射光斑直径光散射成入射光束直径的 5 倍以上。

[0019] 发明的效果

[0020] 本发明的光漫射性硅橡胶组合物通过在透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物中添加、分散平均粒径为 1 ~ 150 μm 的微小玻璃珠构成的光漫射剂,提供可形成高全光线透射率和优异的光漫射性兼具的固化物的光漫射性二甲基硅橡胶组合物,将其形成的光漫射性硅橡胶成形物具有硅橡胶的柔软性且具有可使用温度范围极宽的特点。

具体实施方式

[0021] 本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物含有 [A] 包含 (i) 具有每 1 分子 2 个以上的与分子链两末端和 / 或分子链中途的硅原子键合的烯基或分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或烷氧基封端的二甲基聚硅氧烷,或 (ii) 该二甲基聚硅氧烷和无机填充剂,或 (iii) 该二甲基聚硅氧烷和无机填充剂和润湿剂的透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物和 [B] 平均粒径为 1 ~ 150 μm 的微小玻璃珠构成的光漫射剂而成。

[0022] 本发明中所使用的透明或半透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物优选使用透明性较高的配合物,具体而言,优选使用用厚度 2mm 的固化片材测定的全光线透射率为 70%

以上（即，70 ~ 100%），特别是 80% 以上（80 ~ 100%）的配合物。

[0023] 未交联的二甲基硅橡胶配合物含有作为主剂（基体聚合物）的二甲基聚硅氧烷、优选含有具有每 1 分子 2 个以上的与分子链（两）末端和 / 或分子链中途（非末端）的硅原子键合的乙烯基等烯基或者分子链两末端被每 1 分子 2 个以上的羟基（硅烷醇基）或烷氧基封端的直链状的二甲基聚硅氧烷和根据需要的微粉二氧化硅等无机填充剂和除该无机填充剂之外进一步根据需要的润湿剂（用于分散无机填充剂的分散剂）而成，可以在该配合物中适当配合对应于固化类型的固化剂（或交联剂和固化催化剂），具体而言，作为在未交联的二甲基硅橡胶配合物中配合有固化剂（或交联剂和固化催化剂的组合）的形态，可以举出二甲基硅氧烷树脂组合物、混炼型二甲基硅橡胶组合物、液状二甲基硅橡胶组合物等。

[0024] 另外，作为无机填充剂，可使用选自微粉二氧化硅（例如，表面疏水化处理或未处理的气相二氧化硅、沉淀二氧化硅、煅烧二氧化硅、溶胶 - 凝胶法二氧化硅、结晶性二氧化硅等）、硅藻土、碳酸钙等增强性或非增强性的无机填充剂或氧化钛、氧化锌、氧化铝等导热性无机填充剂等中的一种或两种以上的无机填充剂，作为润湿剂，可使用二苯基硅烷二醇或分子链两末端由硅烷醇基封端的有机硅氧烷低聚物等含硅烷醇基硅烷和 / 或硅氧烷低聚物等。

[0025] 在此，作为该无机填充剂的配合量，可优选相对于 100 质量份基体聚合物设为 0 ~ 100 质量份，更优选设为 0 ~ 60 质量份，进一步优选设为 10 ~ 50 质量份的范围的配合量。另外，作为润湿剂的配合量，可优选相对于基体聚合物 100 质量份设为 0 ~ 25 质量份，更优选设为 3 ~ 20 质量份，进一步优选设为 5 ~ 15 质量份的范围的配合量。

[0026] 作为固化方法，可以选择加热固化型、室温固化型、紫外线固化型或者将它们组合的方法，另外，作为交联形态，可以选择加成（氢化硅烷化）交联型、缩合交联型、有机过氧化物交联型。

[0027] 其中，可优选使用在成形时间短、成形物（硅橡胶固化物）的透明性历时变化（变黄，浑浊等）少的方面有利的加成固化型液状二甲基硅橡胶组合物，其含有二甲基聚硅氧烷作为基体聚合物、含有有机氢聚硅氧烷（交联剂）和铂族金属化合物（固化催化剂）的组合作为固化剂、并且通过加成（氢化硅烷化）交联进行加热固化。

[0028] 在采用该加成交联的情况下，作为基体聚合物二甲基聚硅氧烷，使用一分子中在分子链（两）末端和 / 或分子链中途（非末端）的硅原子上具有 2 个以上的乙烯基、烯丙基等烯基的通常为直链状结构的含烯基二甲基聚硅氧烷。作为有机氢聚硅氧烷（交联剂），使用在一分子中在分子链（两）末端和 / 或分子链中途（非末端）的硅原子上具有 2 个以上、优选 3 个以上 SiH 基的通常为直链状、环状、支链状或三维网状结构的有机氢聚硅氧烷，此时，相对于基体聚合物的 1 摩尔烯基，优选以 0.5 ~ 5 摩尔、特别优选以 0.8 ~ 3 摩尔的比例使用有机氢聚硅氧烷中的 SiH 基。作为铂族金属化合物（固化催化剂），优选铂化合物，相对于基体聚合物，优选以 0.1 ~ 1000ppm、特别优选 0.5 ~ 500ppm 的比例使用铂族金属（质量）。

[0029] 另外，在有机过氧化物交联的情况下，作为基体聚合物的二甲基聚硅氧烷，优选在一分子中在分子链（两）末端和 / 或分子链中途（非末端）的硅原子上具有 2 个以上的乙烯基、烯丙基等烯基的通常为直链状结构的二甲基聚硅氧烷。作为有机过氧化物（固化

剂),可使用一直以来用于这种有机过氧化物交联的有机过氧化物,优选相对于 100 质量份基体聚合物设为 0.1 ~ 10 质量份,特别优选设为 0.5 ~ 5 质量份的配合量。

[0030] 在缩合交联的情况下,将分子链(两)末端被每 1 分子 2 个以上的羟基或甲氧基、乙氧基等烷氧基封端的(特别是在烷氧基的情况下,被每 1 分子 2 个、4 个或 6 个的烷氧基封端)的通常为直链状结构的二甲基聚硅氧烷用作基体聚合物,可采用配合有机氧基硅烷或其部分水解缩合物等交联剂、进而根据需要配合有缩合催化剂的公知的组成。

[0031] 作为未交联的二甲基硅橡胶配合物或在其中配合有固化剂的配合物,可以直接使用通常可在市场获得的配合物。具体而言,可以举出例如混炼型硅橡胶配混物 KE-571-U、KE-1571-U、KE-951-U、KE-541-U、KE-551-U、KE-561-U、KE-961T-U、KE-1541-U、KE-1551-U、KE-941-U、KE-971T-U(均为信越化学工业(株)制)或液状加成固化型硅橡胶组合物 KE-1950-40A/B、KE-1950-50A/B、KE-1950-60A/B、KE-1950-70A/B、KEG-2000-40A/B、KEG-2000-50A/B、KEG-2000-60A/B、KEG-2000-70A/B(均为信越化学工业(株)制)及高透明液状加成固化型硅橡胶组合物 KE-1935A/B、X-34-1931A/B(均为信越化学工业(株)制)等。

[0032] 另外,如上所述,未交联的二甲基硅橡胶配合物优选使用提供厚度 2mm 的固化片材的全光线透射率为 70% 以上的半透明或透明的固化物的配合物,它是作为上述未交联的二甲基硅橡胶配合物使用对应于其交联形态的固化剂固化成厚度 2mm 的片材的情况下的该片材的全光线透射率。

[0033] 另外,在本发明中,全光线透射率的测定方法、条件可以使用スガ试验机(株)制造的直读雾度计算机 HGM-2,在 C 光源 2 度视野、光束 ϕ 13mm 的条件下进行测定。

[0034] 本发明在上述二甲基硅橡胶配合物中配合光漫射剂。作为本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物中所使用的光漫射剂,使用微小玻璃珠。该微小玻璃珠可以为实心的玻璃珠,也可以为中空玻璃珠。

[0035] 一般认为,光漫射性的树脂组合物的粘合剂树脂(在本发明的情况下,未交联或固化后的二甲基硅橡胶)和微粒光漫射剂各自的折射率之差越大光漫射效率越高。例如,在 25℃ 下的相对于钠 D 线的折射率中,二甲基硅橡胶的折射率为 1.40 ~ 1.42。因此,优选本发明中所使用的玻璃珠的折射率为 1.44 以上。选择该折射率之差变大的组合时,可得到光漫射效率高的光漫射性硅橡胶组合物。即,一般的玻璃珠优选折射率为 1.51。另外,通过选定中空的玻璃珠,可以抑制添加量,可以抑制物理特性的降低。

[0036] 在本发明中,光漫射剂粒子的平均粒径为 1 ~ 150 μm ,优选为 1 ~ 50 μm ,更优选为 3 ~ 20 μm ,进一步优选为 5 ~ 16 μm 。平均粒径比 1 μm 小的微粒产生光漫射效率低的不良情况,平均粒径比 150 μm 大的粒子产生全光线透射率降低的不良情况。

[0037] 在此,平均粒径的测定可以作为利用激光衍射的粒度分布测定中的积分重量平均值 D_{50} (或中值粒径)而求得。

[0038] 作为上述玻璃珠,可以使用市售品,例如作为实心的玻璃珠,可以使用ポッターズ・パロティーニ(株)制备的 EMB-10、EMB-20 等,作为中空的玻璃珠,可以使用住友スリーエム(株)制备のグラスバグルズ(K 系列、S 系列、iM30K 等)、东海工业(株)制备のセルスター(Z 系列、CZ 系列、SX 系列等)等。

[0039] 进而在不损害光学特性及硅橡胶物性的范围内可以在本发明的光漫射性二甲基

硅橡胶组合物中配合各种添加剂。例如可以举出抗静电剂、着色剂、抗氧化剂等,它们可以单独使用一种,也可以组合多种使用。抗静电剂是为了防止在光漫射性二甲基硅橡胶成形物表面附着静电引起的灰尘而配合的物质、着色剂是为了对光漫射性二甲基硅橡胶成形物赋予色彩来提高设计性而配合的物质、抗氧化剂是为了抑制配合成分的氧化劣化引起的着色而配合的物质。

[0040] 作为可以在本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物中配合的抗静电剂,可以举出:碳、导电性氧化锌、高氯酸锂及氨基锂等含锂盐离子导电剂、咪唑鎓盐类及吡啶鎓盐类等离子性液体、醇衍生物、(乙)二醇衍生物、甘油衍生物、聚醚衍生物等。作为抗静电剂,特别优选锂盐,具体而言,通过少量添加 LiBF_4 、 LiClO_4 、 LiPF_6 、 LiAsF_6 、 LiSbF_6 、 LiSO_3CF_3 、 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 、 $\text{LiSO}_3\text{C}_4\text{F}_9$ 、 $\text{LiC}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_3$ 、 $\text{LiB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ 等可确认到大的抗静电效果。

[0041] 上述抗静电剂可以单独使用 1 种,也可以组合多种使用,但由于固体的抗静电剂具有妨碍光透射的性质,因此,为了不使全光线透射率降低,优选使用液体的抗静电剂。使用抗静电剂的情况下的配合量相对于 100 质量份二甲基硅橡胶配合物优选为 0.01 ~ 20 质量份,更优选为 0.1 ~ 5 质量份。

[0042] 在此,关于抗静电水平,可以使用静电测试仪(シンド静电气(株)制)等,通过测定对将光漫射性二甲基硅橡胶组合物固化得到的成形物的表面通过电晕放电而充静电后、其带电压变为一半的时间来进行评价。关于本发明的带电性水平,上述半衰期时间优选为 2 分钟以下,特别优选为 1 分钟以下。

[0043] 作为着色剂,可以举出:缩合偶氮、异吲哚满酮、喹吖啶酮、二酮吡咯并吡咯、蒽醌、二噁嗪、酞菁铜、芳基酰胺等有机颜料;氧化钛、氧化锌、铁氧化物(铁丹、铁黑)、群青、钴蓝、碳、钒酸铋等无机颜料;偶氮、铬络合物、钴络合物、蒽醌、酞菁等染料,但从在光漫射性二甲基硅橡胶组合物中的分散性、着色力、色调稳定性考虑,可优选使用有机颜料或无机颜料。它们可以单独使用 1 种,也可以组合多种使用。许多着色剂具有妨碍光透射的性质,因此,大量地配合时,使全光线透射率降低。因此,使用着色剂的情况下的配合量优选相对于 100 质量份二甲基硅橡胶配合物为 0.0001 ~ 0.1 质量份,更优选为 0.001 ~ 0.01 质量份。

[0044] 作为抗氧化剂,可以例示氢醌、氢醌单甲醚、叔丁基氢醌、2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)、2,2'-亚甲基双(6-叔丁基-4-甲基苯酚)等受阻酚系化合物,它们可以单独使用 1 种,也可以组合多种使用。使用抗氧化剂的情况下的配合量相对于 100 质量份二甲基硅橡胶配合物优选为 0.001 ~ 1 质量份,更优选为 0.01 ~ 0.1 质量份。

[0045] 以上,对本发明的形态进行了详细叙述,但对通过本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物得到的优选的光学特性(用厚度 2mm 的固化片材测定)而言,全光线透射率为 50% 以上,漫射光线透射率为 45% 以上,雾度(HAZE)值为 90 以上。更优选地,全光线透射率为 50% 以上,漫射光线透射率为 50% 以上,雾度值为 92 以上。另外,对所述光学特性而言,可通过将比表面积大的(优选例如 BET 法测定的比表面积为 200 ~ 380 m^2/g 左右)干式二氧化硅(气相二氧化硅)用作增强性二氧化硅填充剂而得到。

[0046] 对上述光学特性而言,可使光漫射性二甲基硅橡胶组合物在 120 ~ 165°C 下固化 10 分钟来制作厚度 2mm 的固化物片材,用雾度计测定全光线透射率、漫射光线透射率、雾度值来进行评价。此时,光漫射性二甲基硅橡胶组合物的固化片材的表面状态变粗糙时,则在此处引起光的漫反射,无法得到正确的光学特性,因此需要注意。优选对制作光漫射性二甲

基硅橡胶组合物的固化片材的模具表面进行镜面精加工或用具有光泽面的背衬片材夹持而成形。

[0047] 另外,对本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物而言,在使将该组合物固化得到的 2mm 厚度成形品(固化片材)照射 He-Ne 激光的情况下,优选在固化片材表面所散射的光散射光斑直径光散射为入射光束直径的 5 倍以上。更优选为 10 倍以上,进一步优选为 30 倍以上。这是用于与近年的 LED 发光元件对应的必要特性,使光源为点发光(光斑)且照度高的 LED 元件的特征通过光漫射而漫射成面发光的光。

[0048] 作为具体的测定方法,使 He-Ne 激光(ネオアーク公司制波长 632.8nm,振动输出功率 0.6mW,光束直径 0.8mm ϕ)垂直入射在 30cm 距离的固化片材(2mm 厚度),测定在固化片材表面上扩展成红色的激光的光斑直径。对使光漫射性良好的光漫射性二甲基硅橡胶组合物固化而成的固化片材而言,激光被光漫射,固化片材表面的红色光斑直径扩大。另外,激光优选激光透射但不会贯通光漫射性二甲基硅橡胶组合物的固化片材(在入射光束直径的状态下不会贯通)。

[0049] 另外,作为本发明的光漫射性二甲基硅橡胶组合物的固化条件,对加成交联而言,通常可以在 100 ~ 180℃且 3 ~ 15 分钟、优选 120 ~ 150℃且 5 ~ 10 分钟的条件下进行压制成型或常压热气硫化(HAV),根据需要,然后,优选在 150 ~ 200℃下实施 1 ~ 4 小时左右的 2 次固化(后固化),对有机过氧化物交联而言,通常可以在 120 ~ 200℃且 3 ~ 15 分钟,优选 150 ~ 180℃且 5 ~ 10 分钟的条件下进行压制成型或常压热气硫化(HAV),然后,根据需要,优选在 150 ~ 200℃下实施 1 ~ 4 小时左右的 2 次固化(后固化)。

[0050] 实施例

[0051] 以下,通过实施例和比较例,对本发明进行具体说明,但本发明并不限定于以下的实施例。

[0052] [实施例 1]

[0053] 作为透明的未交联的二甲基硅橡胶配合物,在混炼型二甲基硅橡胶混合物 KE-571-U(以信越化学工业(株)制备、聚合度约 5000 的二甲基聚硅氧烷为主成分,含有 40 质量%以下的利用 BET 法测定的比表面积为 200m²/g 的干式二氧化硅,含有 10 质量%以下的分子量 700 以下的两末端由硅烷醇基封端的二甲基硅氧烷低聚物(二氧化硅分散剂),在化合物中不含有苯基)100 质量份中添加作为光漫射剂的平均粒径 5 μ m 的实心玻璃微珠的 EMB-10(ポツターズ・バロテイーニ(株)制)5.0 质量份,进行捏合混炼分散而得到乳白色的光漫射性硅橡胶组合物基体。

[0054] 在 100 质量份上述光漫射性二甲基硅橡胶组合物基体中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成(氢化硅烷化)反应系硫化剂 C-25A/C-25B(信越化学工业(株)制),将用双辊混炼而成的光漫射性二甲基硅橡胶组合物夹持在表面光泽的 PET 膜中,使用可得到厚度 2mm 片材的模具,在 120℃下进行 10 分钟的压制成型,得到片材。进而,对该片材进行 200℃/4 小时的 2 次加热(后固化),通过下述所示的方法对得到的固化片材评价“全光线透射率、HAZE 值”、“激光漫射性”、“带电性”、“紫外线劣化性”。

[0055] 全光线透射率、HAZE 值的测定

[0056] 用スガ试验机(株)制造的直读雾度计算机 HGM-2 测定 2mm 厚度的固化片材的全光线透射率及 HAZE 值。将这些结果示于表 1。

[0057] 激光漫射性的测定

[0058] 使 He-Ne 激光（ネオアーク公司制，波长 632.8nm、振动输出功率 0.6mW、光束直径 0.8mm ϕ ）垂直入射在 30cm 距离的固化片材（2mm 厚）上，测定片材表面扩展成红色的激光的光斑直径，求得光束直径倍率。另外，观测激光是否透射、贯通硅酮光漫射片（在入射光束直径的状态下不贯通），用“未贯通=○”、“贯通=×”进行评价。将这些结果示于表 1。

[0059] 带电性的测定

[0060] 使用スタチックオネストメーター（STATIC HONESTMETER，シシド静电（株）制）测定在 2mm 厚度的固化片材表面上通过电晕放电而充电 6kV 的静电后、其带电压变为一半的时间。将结果示于表 1。

[0061] 紫外线劣化性的测定

[0062] 在紫外线照射槽 EYE SUPER UV TESTER SUV-W151（岩崎电气公司制、照度 100mW、温度 50℃、湿度 30%）中放置 2mm 厚度的固化片材 24 小时，用色差计测定并用（L、a、b）值表示固化片材的外观及变色，通过下述标准进行评价。将结果示于表 1。

[0063] ○：良好（没有变黄）（表示黄方向的 b 值在 +5 ~ -5 的范围内）

[0064] △：稍微变黄（表示黄方向的 b 值超过 +5 且低于 +15）

[0065] ×：变黄（表示黄方向的 b 值为 +15 以上）

[0066] [实施例 2]

[0067] 在实施例 1 的光漫射性二甲基硅橡胶组合物基体 100 质量份中添加作为交联剂的有机过氧化物系硫化剂 C-8B（信越化学工业（株）制）1.0 质量份并用双辊进行混炼，与实施例 1 同样地使用进行压制成型而得到的厚度 2mm 的固化片材并与实施例 1 同样地进行各种测定。

[0068] [实施例 3]

[0069] 在实施例 1 的硅橡胶组合物中混炼作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份，与实施例 1 同样地，用加成交联制作 2mm 片材，进行各种测定。

[0070] [实施例 4]

[0071] 作为光漫射剂，将与实施例 1 同样的玻璃微珠增量至 10.0 质量份，添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份，除此以外，与实施例 1 同样地，用加成交联制作 2mm 片材，进行各种测定。

[0072] [实施例 5]

[0073] 作为光漫射剂，将与实施例 1 同样的玻璃微珠减量为 2.0 质量份，添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份，除此以外，与实施例 1 同样地，用加成交联制作 2mm 片材，进行各种测定。

[0074] [实施例 6]

[0075] 作为光漫射剂，将与实施例 1 同样的玻璃微珠减量至 1.0 质量份，添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份，除此以外，与实施例 1 同样地，用加成交联制作 2mm 片材，进行各种测定。

[0076] [实施例 7]

[0077] 在 KE-571-U：100 质量份中添加作为光漫射剂的平均粒径为 16 μm 的中空玻璃珠のガラスバブルズ iM30K（住友スリーエム（株）制）1.0 质量份，进行捏合混炼分散，得到

乳白色的光漫射性硅橡胶组合物基体。

[0078] 在 100 质量份上述硅橡胶组合物基体中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成反应系硫化剂 C-25A/C-25B, 制作 2mm 片材, 与实施例 1 同样地进行各种测定。

[0079] [实施例 8]

[0080] 在实施例 7 的硅橡胶组合物中混炼作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份, 与实施例 1 同样地用加成交联制作 2mm 片材, 进行各种测定。

[0081] [比较例 1]

[0082] 作为没有配合光漫射剂的例子, 在 KE-571-U :100 质量份中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成 (氢化硅烷化) 反应系硫化剂 C-25A/C-25B (信越化学工业 (株) 制), 制作 2mm 片材, 同样地进行各种测定。

[0083] [比较例 2]

[0084] 在 KE-571-U :100 质量份中添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份、以及作为光漫射剂的由平均粒径为 $4\mu\text{m}$ 、折射率 1.59 的球状交联聚苯乙烯微粒构成的 テクポリマー SBX-4 (积水化成工业 (株) 制) 1.0 质量份, 进行捏合混炼分散, 得到乳白色的光漫射性硅橡胶组合物基体。

[0085] 在上述橡胶组合物基体 100 质量份中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成反应系硫化剂 C-25A/C-25B, 制作 2mm 片材, 与实施例 1 同样地进行各种测定。

[0086] [比较例 3]

[0087] 在 KE-571-U :100 质量份中添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份及作为光漫射剂的由平均粒径为 $8\mu\text{m}$ 、折射率 1.49 的球状交联聚甲基丙烯酸甲酯微粒构成的光漫射剂 テクポリマー MBX-8 (积水化成工业 (株) 制) 5.0 质量份, 进行捏合混炼分散, 得到乳白色的光漫射性硅橡胶组合物基体。

[0088] 在上述硅橡胶组合物基体 100 质量份中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成反应系硫化剂 C-25A/C-25B, 制作 2mm 片材, 与实施例 1 同样地进行各种测定。

[0089] [比较例 4]

[0090] 在 KE-571-U :100 质量份中添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份、以及作为光漫射剂的由平均粒径为 $5\mu\text{m}$ 的碳酸钙微粒构成的 ルミパール DSN-30 (根本特殊化学 (株) 制) 5.0 质量份, 进行捏合混炼分散, 得到乳白色的光漫射性硅橡胶组合物基体。

[0091] 在 100 质量份上述硅橡胶组合物基体中添加分别为 0.5/2.0 质量份的加成反应系硫化剂 C-25A/C-25B, 制作 2mm 片材, 与实施例 1 同样地进行各种测定。

[0092] [比较例 5]

[0093] 作为光漫射剂, 将与比较例 4 同样的碳酸钙微粒的配合量减量至 1 质量份, 添加作为抗静电剂的 $\text{LiN}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2$ 的 20 质量% 己二酸酯溶液 0.05 质量份, 除此以外, 与实施例 1 同样地, 用加成交联制作 2mm 片材, 进行各种测定。

[0094] 将以上的结果示于表 1。

[0095]

表 1

| | 光漫射性组合物 | | 硫化剂 | 全光线透射率 (%) | 雾度 值 | He-Ne 激光 | | 带电性 (sec) | 抗静电剂有无 | UV 劣化性 (有无变色) | |
|-------------|---------------|-----------------|-----|---------------|---------|------------|------------|--------------|-------------|------------------|-----|
| | 光漫射剂 种类/粒径 | 添加 份数 | | | | 光束 直径倍率 | 直接光 透射性 | | | | |
| 实 施 例 | 1 | 玻璃微珠 /5 μm | 5 | C-25A/C-25B | 49 | 93 | 22 | ○ | 1800 以上 | 无 | ○良好 |
| | 2 | 玻璃微珠 /5 μm | 5 | C-8B | 50 | 93 | 23 | ○ | 1,800 以上 | 无 | ○良好 |
| | 3 | 玻璃微珠 /5 μm | 5 | C-25A/C-25B | 50 | 93 | 23 | ○ | 3 | 有 | ○良好 |
| | 4 | 玻璃微珠 /5 μm | 10 | C-25A/C-25B | 31 | 93 | 10 | ○ | 4 | 有 | ○良好 |
| | 5 | 玻璃微珠 /5 μm | 2 | C-25A/C-25B | 65 | 93 | 29 | ○ | 5 | 有 | ○良好 |
| | 6 | 玻璃微珠 /5 μm | 1 | C-25A/C-25B | 76 | 93 | 34 | ○ | 3 | 有 | ○良好 |
| | 7 | 中空玻璃 珠/16 μm | 1 | C-25A/C-25B | 59 | 93 | 26 | ○ | 1800 以上 | 无 | ○良好 |
| | 8 | 中空玻璃 | 1 | C-25A/C-25B | 59 | 93 | 26 | ○ | 3 | 有 | ○良好 |

