

嵌段共聚有机硅树脂的研究*

张兴华 朴爱植 贝建中 王天用
陈步时 刘香鸾 鲁雁英 杨亚君

(中国科学院化学研究所)

有机硅树脂具有耐高低温、防潮以及在较宽的温度和频率范围内,仍保持优异的电绝缘性能等特点^[1],所以广泛应用于晶体管、集成电路^[2-4],特别是高频大功率管的塑料封装^[5-7]。

但是由于塑料的热膨胀系数与被包封器件(金属和陶瓷)的热膨胀系数相差较大,所以塑料外壳必须具有足够的厚度,方能使其在应力的作用下不致开裂。但塑料层越厚,对功率的损耗越大。因此要提高塑料封装大功率管的功率,必须尽量缩小塑料外壳的尺寸,要求塑料具有更高的抗开裂性能。而目前国内的塑料,以及国外专利的方法^[8,9],未能满足要求。本工作即通过对树脂的结构与抗开裂性能的关系的研究,合成了具有优异抗开裂性能的嵌段有机硅树脂(以下简称为 KH-620),大大提高了塑料封装高频大功率管的水平。

实 验 部 分

1. 树脂的合成方法

(1) 原料

甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷、苯基三氯硅烷均为工业产品,经蒸馏,沸程分别为 65—66℃、70℃、201—205℃,用气体色谱分析纯度分别为 98%、~100%、98%。

羟基封头聚二甲基硅氧烷,即室温熟化硅橡胶 107*(以下简称为 107*),为工业产品。分子量小于 20,000 者为实验室自制。

甲苯为分析纯试剂。

(2) KH-620 的合成

在装有搅拌器、滴液漏斗、回流冷凝管和温度计的 3 立升的三口瓶中,加入 59.2 克 107* 和 700 毫升甲苯。107* 溶解后,加入 1500 毫升水。在滴液漏斗中装入 230 毫升甲苯、165 克苯基三氯硅烷、92.7 克甲基三氯硅烷和 77.4 克二甲基二氯硅烷。在快速搅拌下滴加到三口瓶中,反应温度 50—70℃。滴加完毕后,继续搅拌 30 分钟,静置分层,甲苯层水洗至中性。减压下蒸出甲苯,160—170℃ 缩合,即得到乳白色的 KH-620 树脂。产率 95% 以上,组成为 $R/Si = 1.50$,苯基含量 $Ph/R = 18.6\%$ 。

(3) 普通硅树脂的合成

* 1978 年 3 月 31 日收到。

以苯基三氯硅烷、甲基三氯硅烷和二甲基二氯硅烷为原料,按上述方法合成 R/Si 不同的树脂^[4,5]。

KH-610(R/Si = 1.30), 7702*(R/Si = 1.50) 与上海树脂厂 3*(R/Si = 1.50) 有机硅树脂,均为工业产品。

2. 塑料的制备

将 100 份(重量)树脂, 200 份石英粉、50 份玻璃纤维以及微量的催化剂和染色剂,在热辊筒上混炼, 160—180℃ 模压固化成型。由 KH-620 制得的塑料性能见本文表 12。

3. 测试方法

(1) 树脂的羟基含量: 以氢化铝锂-气相色谱法测定^[10]。

(2) 树脂的粘度: 树脂含量为 25% 的甲苯溶液, 乌氏粘度计测定 (25℃)。

(3) 107* 分子量: 应用公式 $[\eta] = 1.5 \times 10^{-3} M^{0.66}$ 计算^[11]。

(4) 树脂的力学内耗温度谱由本所七室以振簧法测定^[12], 测试频率约 200 Hz。

(5) 塑料抗开裂性能的考核: 以塑料封装 A、B 两种不同结构的管座(其中 B 为新改进的, 功率较大, 对塑料的抗开裂性能要求高), 经过一系列的高低温循环和热冲击实验, 检查塑料的开裂情况。其中高低温循环条件: -55°—125℃, 每个极端温度停放 30 分钟, 交换时间小于 1 分钟, 循环 5 次, 即谓第一轮高低温循环。然后经 200℃ 老化 48 小时, 再按上述条件循环五次, 谓第二轮高低温循环。热冲击实验条件: 0° 与 100℃ 水, 样品在每个极端温度停放 5 分钟, 交换时间不超过 5 秒, 循环 5 次。

(6) 塑料内应力的比较: 将箔式电阻应变计包封于塑料内部, 测定微应变。

结 果 与 讨 论

1. 普通硅树脂的结构与塑料抗开裂性能的关系

(1) 树脂的 R/Si

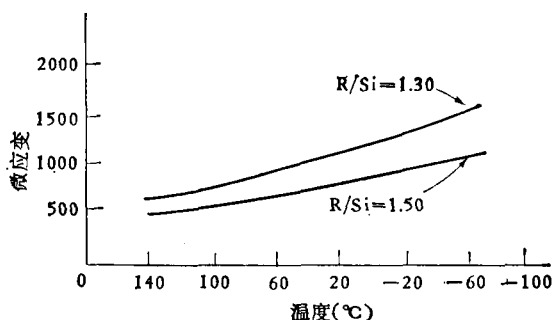
表 1 和图 1 说明, 树脂的 R/Si 增大, 塑料的弹性模量降低, 力学内耗增大, 内应力减小。封装 A 型大功率管的开裂数减少(见表 2)。

表 1 R/Si 不同的塑料的弹性模量和力学内耗(室温值)

树脂的 R/Si	1.20	1.30	1.40	1.50
弹性模量 (10^4 公斤/厘米 ²)	9.4	6.8	4.6	3.5
内 耗 Q^{-1}	0.023	0.031	0.059	0.063

表 2 R/Si 对塑料抗开裂性能的影响

树 脂 R/Si	试 验 样品数	开 裂 数			
		200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	第二轮高 低温循环	总 计
1.30	20	2	8	10	20
1.40	20	0	2	5	7
1.50	20	0	0	3	3

图1 树脂的 R/Si 与塑料内应力的关系

但是, R/Si 增大, 塑料强度下降, 制品出模时软, 塑料的致密性及耐溶剂性能也差。另一方面, 当 $R/Si > 1.50$ 时, 在制备过程中, 生成的环体较多, 树脂产率较低, 而且实际组成与原料配比相差较大。

(2) 树脂的羟基含量

缩合型的有机硅树脂在固化时, 主要靠硅原子所连接的羟基缩合产生交联。显然树脂的羟基含量越低, 固化收缩越小, 产生的内应力也小, 塑料越不易开裂。实验结果与此相符(表3), 但混料的贮存期缩短, 流动性变差。而且远不能满足封装B型管座的要求。因此必须采用新的方法, 合成具有新的链结构的树脂。

表3 树脂的羟基含量对塑料抗开裂性能和贮存期的影响

树脂 OH %	封装 管型	试验 样品数	开 裂 数			混料的贮存期 (北京夏季)
			200°C 8 小时	第一轮高 低温循环	总 数	
2.88	A	20	0	12	12	一个月
2.77	A	20	0	11	11	一个月
2.24	A	20	0	0	0	< 10 天
2.02	A	20	0	0	0	< 10 天
1.86	A	20	0	0	0	< 7 天
1.86	B	20	3	11	14	< 7 天

2. 嵌段硅树脂的结构与塑料抗开裂性能的关系

(1) 嵌入橡胶结构的作用

将橡胶结构引入到树脂结构中去, 得到具有树脂链段与橡胶链段嵌段结构的硅树脂, 使塑料既具有塑料的坚硬性, 又兼有橡胶的弹性。橡胶结构采用羟基封头的聚二甲甲基硅氧烷, $HO-[Si(CH_3)_2O]_nH$, 即工业生产的室温熟化硅橡胶 107[#]。嵌段方法采用机械共混法(即将硅树脂 7702[#] 与 107[#] 以及填料、催化剂等一起在加热的辊筒上进行混炼)和化学合成方法(见实验部分)。塑料封装结果分别列于表4和表5。

由表4可知, 树脂与 107[#] 共混有利于提高塑料的抗开裂性能。但混入的 107[#] 量有限, 107[#] 增加不能进一步起增塑作用, 只是在固化成型时 107[#] 渗出物增多。使用 R/Si 较小、羟基含量较高的树脂与 107[#] 共混, 或者使用分子量较小(即羟基含量较高)的 107[#] 与树脂共混, 也有同样现象发生。表5说明, 用新的化学方法合成的嵌段硅树脂 KH-620,

表 4 共混法 107* 用量对塑料抗开裂性能的影响

7702* 用量%	107* 用量%	管 座 型 号	试 验 样品数	固化成型 时 107* 渗出情况	开 裂 数			
					200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	第二轮高 低温循环	总 计
100	0	A	20	无	0	0	3	3
97.5	2.5	A	20	无	0	0	0	0
95	5	A	20	无	0	0	0	0
95	5	B	20	无	1	0	10	11
93	7	A	20	较少	0	0	0	0
90	10	A	20	较多	0	0	0	0
85	15	A	20	大量	0	0	0	0

表 5 不同结构有机硅树脂的比较(封装 B 型管座)

硅树脂种类	试 验 样品数	开 裂 数					
		200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	热冲击	200℃ 48 小时	第二轮高 低温循环	总 计
上海树脂厂 3*	20	2	12	2	3	1	20
7702*	20	3	11	0	3	3	20
7702* 与 107* 共混	20	1	0	0	2	8	11
KH-620	20	0	0	0	0	0	0

与 R/Si 相同(1.50)但不具有嵌段结构的 7702* 和上海树脂厂 3* 有机硅树脂,以及 7702* 和 107* 共混的相比,具有优异的抗开裂性能。比外国专利^[8,9]方法也好得多。

为了进一步说明 KH-620 的嵌段结构和作用,测定了硅橡胶、硅树脂和嵌段硅树脂的力学内耗温度谱。图 2 表明,107* 硅橡胶(曲线 1)在低温下的内耗峰,其松弛强度大,应属硅橡胶的玻璃化转变。内耗峰温度为 -104°C ,与文献上报导的硅橡胶的玻璃化温度(T_g)相符合。KH-610 与 7702* 树脂(曲线 4 和 5),由于没有橡胶结构,而是交联结构,故在低温没有峰出现,直到较高温度才出现树脂转变峰。KH-610 的 T_g 为 62°C ,7702* 为 30°C 。前者高于后者,是由于随着交联度的增大(R/Si 减小),使树脂链段不容易运动,因而使其玻璃化温度升高。KH-620(曲线 3)与 KH-610 和 107* 共混的(曲线 2),与纯橡胶、纯树脂不同,在测定的温度范围内出现了两个内耗峰。在 -104°C 的低温峰与 107* 的位置相同,是橡胶相的玻璃化温度。而且共混试样内耗峰的形状与纯橡胶试样相似,峰窄尖锐,是由于与 KH-610 共混的 107* 没嵌到树脂结构中去,因此橡胶相链段能自由运动,故与纯橡胶的相当。但是嵌段试样的橡胶相的 T_g 峰,明显变宽。这是因为橡胶链段嵌到树脂结构中去,链段运动受到在此温度下“冻结”的树脂链段制约的结果。树脂相 T_g 峰的位置,嵌段试样与共混的相同,都在 52°C 附近。由于二者树脂相的交联度(R/Si 都为 1.30)高于 7702* (R/Si = 1.50),所以玻璃化温度较 7702* 的高;由于橡胶相对树脂相的增塑作用,其玻璃化温度又低于 R/Si 相同的 KH-610。但共混试样树脂相 T_g 峰比嵌段试样或 KH-610 的宽得多,而嵌段试样与 KH-610 基本相同。这说明共混试样中,橡胶紊乱地分散在树脂中,在此温度下充分自由运动,影响到树脂链段的运动,因此使树脂相的 T_g 转变峰变宽。但嵌段试样 KH-620,由于 107* 已嵌到树脂链段中去,而橡胶链段比树

脂链段柔软得多，它对树脂链段无制约作用，因此树脂相的 T_g 峰宽度不变，只是降低了树脂相的玻璃化温度。

由此可见，橡胶与树脂共混，主要是橡胶相对树脂相起增塑作用。但橡胶与树脂嵌段之后，橡胶链段与树脂链段两者之间互相都有作用。树脂链段限制了橡胶链段的自由运动，使它不象纯橡胶那样柔软，具有一定的硬度；橡胶链段使树脂链段容易运动，降低了树脂相的玻璃化温度，提高了树脂的柔韧性能。

(2) 嵌段树脂的 R/Si

由于 KH-610 树脂已经工业生产，且性能优异^[4]，因此以它做为嵌段树脂的树脂链段结构，改变橡胶链段 107* 的用量，得到 R/Si 不同的嵌段树脂。封装 B 型管座的实验结果(表 6)说明，在此条件下，107* 用量增加，即嵌段树脂的 R/Si 增大，塑料的抗开裂性能提高，但如前所述，R/Si 不能大于 1.50。

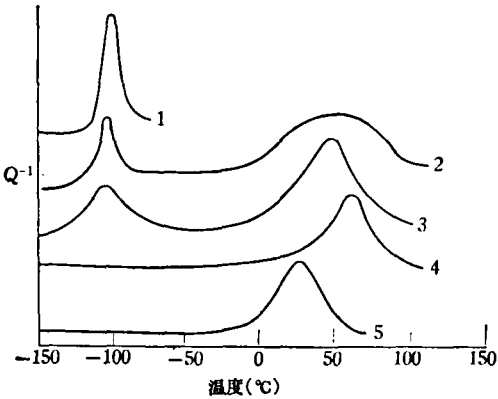


图 2 硅橡胶和不同树脂的力学内耗温度谱
1——107* $\bar{M}_n = 25,000$;
2——KH-610 (R/Si = 1.30) 与 $\bar{M}_n = 25,000$ 的 107* 共混试样. 混合后 R/Si = 1.50;
3——KH-620 嵌段硅树脂;
4——KH-610 硅树脂 (R/Si = 1.30);
5——7702* 硅树脂 (R/Si = 1.50)

表 6 不同 R/Si 嵌段树脂的封装结果

107* 用量* (CH ₃) ₂ SiO 克分子数	树 脂 R/Si	实 验 样品数	开 裂 数					
			200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	热冲击	200℃ 48 小时	第二轮高 低温循环	总 计
0.33	1.40	20	0	2	2	0	5	9
0.54	1.45	20	0	1	2	0	1	4
0.80	1.50	20	0	0	0	0	0	0

* 分子量为 25,000.

(3) 树脂链段与橡胶链段的比例

如表 7 所示，当嵌段树脂 R/Si = 1.50 时，在一定范围内相应调节氯硅烷中二甲基二氯硅烷及 107* 的用量，都可以达到封装 B 型管座塑料不开裂的水平。但正如以前报告中

表 7 树脂链段与橡胶链段比例不同的树脂的封装结果 (B 型管座)

树 脂 结 构					试 验 样品数	开 裂 数					
氯硅烷用量(克分子数)				107* 用量* (CH ₃) ₂ SiO 克分子数		200℃	第一轮	热	200℃	第二轮	175℃
C ₆ H ₅ SiCl ₃	CH ₃ SiCl ₃	(CH ₃) ₂ SiCl ₂	R/Si			8 小时	高低温 循 环	冲击	18小时	高低温 循 环	1000 小时
0.78	0.62	0.47	1.25	0.93	20	0	0	0	0	0	0
0.78	0.62	0.60	1.30	0.80	20	0	0	0	0	0	0
0.78	0.62	0.75	1.35	0.65	20	0	0	0	0	0	0

* $\bar{M}_n = 25,000$.

所述^[4],当氯硅烷配比 $R/Si < 1.25$ 时,在只以甲苯为溶剂的情况下,树脂制备较困难,水解时容易生成沉淀,水洗时分层不清。 R/Si 增大时,由于二甲基二氯硅烷用量增多,水解时又容易生成环体。因此树脂链段的氯硅烷的配比以 $R/Si = 1.30$, $107^{\#}(\bar{M}_n = 25,000)$ 用量以 $(CH_3)_2SiO$ 克分子数等于 0.8 (约为树脂总重量的 23%) 为宜。

(4) 橡胶链段的长度

橡胶链段的长度(即 $107^{\#}$ 分子量的大小)对树脂和塑料柔韧性的贡献,实验结果示于图 3 和表 8。图 3 指出,当改变 $107^{\#}$ 分子量时,嵌段树脂的两个内耗峰的位置都基本相同。

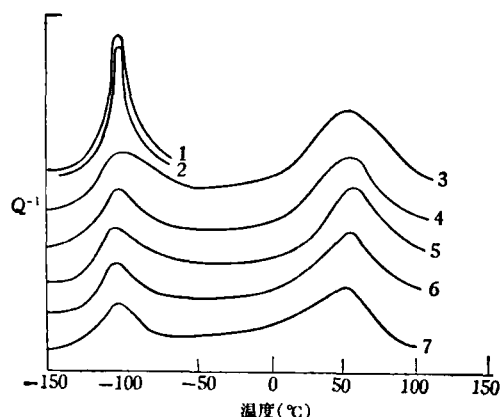


图 3 不同分子量 $107^{\#}$ 的嵌段树脂 (3—5,900; 4—25,000; 5—60,000; 6—100,000; 7—190,000) 和不同分子量的 $107^{\#}$ 硅橡胶 (1—25,000; 2—60,000) 的力学内耗温度谱

说明 $107^{\#}$ 的分子量在 5,900—190,000 范围内,对树脂相的贡献基本相同。但在低温时,由于橡胶链段越短,其运动受到僵硬的树脂链段的制约越大,所以当 $107^{\#}$ 分子量为 5,900 时,橡胶相转变峰明显变宽,塑料的柔韧性变劣。表 8 说明, $107^{\#}$ 分子量小于 19,000 后,封装后开裂数逐渐增加。当 $107^{\#}$ 分子量增大到一定程度以后,树脂相对橡胶相的影响就基本相同了(图 3)。但另一方面,随着 $107^{\#}$ 分子量的增大,为保持嵌段树脂的 R/Si 一定,则嵌段时所用的 $107^{\#}$ 克分子数(即嵌段树脂中的橡胶链段数目)减小,而且其端基—OH 含量降低,与氯硅烷共水解时缩合几率减少,难以全

部嵌段到树脂结构中。因此表 8 中实际封装结果指出,当 $107^{\#}$ 分子量过大时,开裂数又逐渐增加。如要使其全部嵌段到树脂结构中去,则必须加剧缩合反应条件,提高树脂的粘度。但工艺困难,混料的流动性差,贮存期短。因此 $107^{\#}$ 的分子量选择在 19,000—33,000 (链节数 $n = 250—445$) 为宜,其中又以 $\bar{M}_n = 25,000$ ($n = 340$) 为最佳。

此结果与国外专利^[9,13-15]报导的不同,这些专利都是选择 $n = 40—100$ 。我们的实验结果说明 n 小容易缩合嵌段到树脂结构中去,但对树脂柔韧性的贡献, n 小到一定程度以后,明显减小。

(5) 树脂的羟基含量

KH-620 树脂的羟基含量与粘度的对应关系示于表 9 ($107^{\#}$ 分子量为 25,000)。表 10 说明, KH-620 在较宽的粘度(或羟基含量)范围内,封装 B 型管座,经过一系列苛刻的考核都未开裂。考虑到加工成型工艺和混料的贮存期, KH-620 的粘度在 2.8—3.9 厘泊(羟基含量 4.03—2.81%)比较合适。在此范围内,树脂的性能稳定,贮存期长(表 11)。

结 束 语

1. 以工业生产的 $107^{\#}$ 室温熟化硅橡胶, $HO-[Si(CH_3)_2O]_n-H$, 和甲基三氯硅烷、苯基三氯硅烷和二甲基二氯硅烷共水解缩聚,合成了嵌段有机硅树脂。其制备工艺与目前生产的 KH-610 相同,经过化工部晨光化工总厂二分厂扩大试生产证明,易于工业生产。树

表 8 橡胶链段长度对塑料抗开裂性能的影响 (B 型管座)

107* 分子量	试 验 样品数	开 裂 数					
		200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	热冲击	200℃ 48 小时	第二轮高 低温循环	175℃ 1000 小时
4,500	20	3	4	1	1	3	—
5,900	20	1	1	2	1	0	—
10,000	20	0	2	0	0	0	—
15,000	20	1	0	0	0	0	—
19,000	20	0	0	0	0	0	0
25,000	20	0	0	0	0	0	0
33,000	20	0	0	0	0	0	0
45,000	20	0	0	0	0	0	3
60,000	20	0	1	1	1	1	—
100,000	20	0	3	1	0	0	—
190,000	20	0	6	4	0	1	—

表 9 KH-620 的羟基含量与粘度

粘 度 (厘泊)	羟基含量(%)
2.8	4.03
3.2	3.72
3.4	3.23
3.6	2.91
3.9	2.81
4.3	2.46

表 10 不同粘度的 KH-620 封装 B 型管座结果

树脂粘度 (厘泊)	实 验 样品数 (只)	开 裂 数						说 明
		200℃ 8 小时	第一轮高 低温循环	热冲击	200℃ 48 小时	第二轮高 低温循环	175℃ 1000 小时	
2.6	20	0	0	0	0	0	0	混料流动性极好， 样品易出现砂眼
2.9	20	0	0	0	0	0	0	加工成型性能良好
3.4	20	0	0	0	0	0	0	加工成型性能良好
3.6	20	0	0	0	0	0	0	加工成型性能较好
4.3	20	0	0	0	0	0	0	混料流动性差，贮 存期较短

表 11 KH-620 树脂的贮存期(北京气候条件)

实验编号	树脂起始粘度 (厘泊)	一年后粘度 (厘泊)	二年后粘度 (厘泊)
76	2.8	2.9	—
73	3.2	3.3	3.8
90	3.4	3.4	3.8
—	3.6	3.6	3.7
65	4.3	4.2	—

表 12 塑 料 的 性 能

性 能		测试方法	测 试 值
模 制 加 工 性 能	贮 存 期	25℃ 0—5℃	> 3 个月 > 1 年
	螺旋线流动性 (厘米)	自测	65
	成 型 温 度 (℃)		160—180
	压 力 (公斤/厘米 ²)		10—100
	模 压 时 间 (分)		2—5
	成型收缩率	ASTM D955	0.0074
物 理 力 学 性 能	抗弯曲强度 (公斤/厘米 ²)	GB* 1042-70	338
	抗冲击强度 (公斤-厘米/厘米 ²)	无缺口	4
	压 缩 强 度 (公斤/厘米 ²)	GB 1042-70	425
	弹 性 模 量 (公斤/厘米 ²)	振簧法	1.5×10^4
	热膨胀系数 ($10^{-3}/^{\circ}\text{C}$)		3.4
	吸 水 率 (%)	GB 1034-70	0.04
	比 重 (克/厘米 ³)	GB 1033-70	1.82
电 绝 缘 性 能	介电强度 (千伏/毫米)	GB 1046-70	13
	介电常数 (10^6 赫芝)	GB 1045-70	3.4
	介电损耗 $\tan\delta$ (10^6 赫芝)	GB 1045-70	0.0034
	体 积 电 阻 (欧姆-厘米)	GB 1044-70	1.2×10^{14}
	抗 电 弧 力 (秒)	高压小电流, 连续	> 300

* GB——塑料检测方法标准汇编(1973), 下同。

脂性能稳定, 贮存期长。

2. 研究了树脂的结构与塑料抗开裂性能的关系, 选择 KH-620 的 R/Si = 1.50, 三种氯硅烷的配比与 KH-610 相同, 107* 的用量为嵌段树脂总重量的 23%, 分子量为 19,000—33,000。树脂的羟基含量为 3—4%。

3. 以振簧法测定树脂的力学内耗温度谱, 证明 KH-620 具有橡胶链段与树脂链段的嵌段结构。并比较了橡胶链段长度对树脂柔韧性的贡献。发现橡胶链太短对树脂的增塑作用不大, 而太长又难以嵌段缩合到树脂结构中去, 故取 $n = 225—445$ 为宜。此结果与国外报导的方法不同, 它们选择 $n < 100$ 。

4. 比较了几种电子封装塑料以及国外专利的方法, 由具有嵌段结构的 KH-620 有机硅树脂制得的塑料, 具有最好的抗开裂性能。封装新型的大功率管经过一系列的高低温冲击和长期高温贮存 (175℃, 1000 小时), 塑料仍未开裂。

5. 该塑料已用于封装高频大功率管和硅可控整流元件等电子器件, 产品性能良好。特别是封装的大功率管, 不仅通过有关的例行考核, 而且通过了 1000 小时的高温 (175℃) 贮存、功耗以及防潮等长期寿命考核。

摘 要

以甲基三氯硅烷、苯基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷以及羟基封头的聚二甲基硅氧烷, 即 $\text{HO}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_n\text{H}$, 为原料, 采用共水解的方法, 合成了具有嵌段结构的有机硅树脂。

研究了树脂的结构与抗开裂性能的关系, 确定了树脂链段与橡胶链段的克分子比例以及橡胶链段的长度, 即 n 值的大小. 该树脂具有优异的抗开裂性能, 是一种较好的大功率半导体器件的封装材料.

致谢: 本工作的塑料封装实验, 是在四机部有关单位, 北京变压器厂等单位的大力支持与密切协作下完成的. 化工部晨光化工总厂二分厂进行了 KH-620 的扩大试生产, 并解决了反应终点控制问题. 树脂的力学内耗温度谱, 是在本所七室漆宗能同志的热情指导下, 由张贤同志完成的. 广州电器科学研究院以及本所八室协助部分测试工作, 在此一并表示衷心感谢!

参 考 文 献

- [1] G. J. Kookootsedes et al., *Modern Plastics*, 45 (5) 150 (1968).
- [2] 高橋均、高原修二, 工業材料, 17 (3), 47 (1969).
- [3] *Modern Plastics*, 1 (6), 63 (1971).
- [4] 中国科学院化学研究所五室四组, KH-610 有机硅树脂的制备及应用. 未发表工作.
- [5] 中国科学院化学研究所五室四组, 7701^{*} 及 7702^{*} 硅酮塑料. 未发表工作.
- [6] *EDN*, No. 3. 77 (1969).
- [7] *EDN*, 16 (5), 62 (1971).
- [8] *U. S. P.*, 3,759,867.
- [9] *U. S. P.*, 3,792,012.
- [10] 中国科学院化学研究所五室四组, 分析化学, 3 (5), 372 (1975).
- [11] 中华人民共和国燃料化学工业部部颁标准(草案讨论稿), 室温硫化硅橡胶 (1974).
- [12] 漆宗能等, 中国科学技术大学学报, 1 (2), 261 (1965).
- [13] *Ger.*, (East), 103,252.
- [14] *Brit.*, 1,290,349.
- [15] *U. S. P.*, 3,294,718.

STUDIES OF THE BLOCK COPOLYMERS OF ORGANOSILICON RESINS

Chang Hsing-hwa, Piao Ai-chih, Pei Kien-chung,
Wang Tien-yung, Che Pu-shih, Liu Hsiang-luan,
Lu Yen-ying and Yang Ya-chun
(Institute of Chemistry, Academia Sinica)

ABSTRACT

Organosilicon block copolymers were synthesized by co-hydrolysis and condensation of hydroxyl-end-blocked dimethylpolysiloxanes, methyltrichlorosilane, phenyltrichlorosilane and dimethyldichlorosilane. The relationships between resin structures and crack-resistant properties of the plastic were investigated by measuring mechanical loss-temperature spectrum with vibrational reed method. The resin shows optimum crack-resistant properties when $R/Si = 1.50$, hydroxyl-endblocked dimethylpolysiloxane used is about 23% of the total weight of the resin. The high frequency power transistors encapsulated with this resin show no cracks and have very stable electrical parameters after a series of examination under extreme conditions.