

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 99 174

REQUERENTE: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, alemã, industrial, com sede em 5090, Leverkusen, Alemanha

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE MASSAS DE SILICONE DE UM COMPONENTE, ENDURECÍVEIS PELA HUMIDADE"

INVENTORES: WILLI MEURER e Dr. WILHELM WEBER

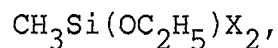
Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

na Alemanha em 18 de Outubro de 1890, sob o N.º P 40 33 096.6.

2
Wifana

R E S U M O

A invenção refere-se ao processo para a preparação de massas de silicone de um componente - designadas 1-K-RTV - que endurecem rapidamente por acção da humidade, mediante a eliminação de determinadas carboxamidas; dessa forma, elas proporcionam uma boa aderência a muitos substratos e originam vulcanizados estáveis em condições climáticas extremas. Por cada 100 partes em peso de polidimetilsiloxanos com a viscosidade compreendida entre 1 e 100 Pa.s, contém 2 a 30 partes em peso dum silano de fórmula



na qual

X tem as significações referidas na reivindicação e 0,1 a 5 partes em peso de um aminoalquilalcóxissilano contendo um ou mais átomos de azoto básicos ligados a um átomo de silício por pelo menos 3 átomos de carbono, e ainda opcionalmente agentes plastificantes, cargas e um catalisador de dialquilestanho (IV).

Wifama

A invenção refere-se a sistemas de silicone de 1 componente - em seguida designadas por massas de I-K-RTV - que se endurecem rapidamente pela acção da humidade, mediante a eliminação de determinadas carbonanidas; dessa forma elas produzem uma boa aderência a muitos substratos e originam vulcanizados estáveis contra alterações climáticas extremas.

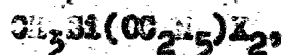
Já surgiu uma série de publicações sobre as massas de I-K-RTV, que se endurecem mediante a eliminação das carbonanidas, por exemplo as patentes alemãs DE-A 1 224 039, 1 247 646, 1 258 087 e 3 114 773, assim como a patente europeia E-A 22 976. Os produtos reivindicados nos referidos documentos caracterizam-se, na maior parte dos casos, por boas propriedades de aderência a muitos substratos e são adequados para um longo período de armazenagem em estado não vulcanizado. No entanto, elas endurecem-se, na maior parte dos casos, duma forma relativamente lenta para originar produtos com um índice de dureza reduzido e são, portanto, adequados somente duma maneira limitada para uma vulcanização rápida a fim de se obterem elastómeros com uma dureza elevada. As massas descritas na patente alemã DE-A 3 114 773 aproximam-se relativamente da condição pretendida.

Todas as formas de realização descritas na mencionada patente alemã possuem, todavia, a desvantagem de que, os produtos vulcanizados obtidos a partir das referidas massas podem-se alterar sob a influência duma temperatura elevada e humidade do ar, e que elas são utilizáveis somente duma maneira limitada para exposição a condições climatéricas extremas.

O objecto da presente invenção é constituído por sistemas de silicone de um só componente vulcanizável por admissão de humidade, à base de uma mistura formada por

Wifama

- (A) poli-dimetil-siloxanos usuais, fechados nas extremidades por hidroxil, com uma viscosidade compreendida entre 1 e 100 Pa.s;
- (B) eventualmente agentes de amaciamento;
- (C) as cargas usuais;
- (D) um catalisador de dialquil-estanho (IV) caracterizado por um teor, em cada 100 partes em peso de (A), de
- (E) 2 a 30 partes em peso dum silano com a composição



na qual X representa



ou $\text{CC}(\text{CH}_2)_5-$; e

- (F) 0,1 a 5 partes em peso dum aminocalquilalcóxi-silano, que possui um ou vários átomos de carbono, pelo menos mais de 3 átomos de carbono, com átomos de azoto básicos ligados a um átomo de silício,

em que a proporção quantitativa molar dos componentes (E) e (F) é de, pelo menos, 2,5.

Os componentes (E) e (F) são de preferência utilizados em tais quantidades, que se obtenha uma proporção molar não inferior a 3.

A proporção molar não deve exceder, de preferência, 10, com especial preferência não superior 6.

Surpreendentemente constatou-se agora que se podem alcançar, com a utilização das mencionadas matérias primas, nas proporções quantitativas mencionadas, massas de 1-A-RIV que se endurecem rapidamente, que aderem bem e possuem uma excelente estabilidade em situações extremas climatéricas.

Como agente de amaciamento (B) emprega-se, de pre-

Wifam

ferência, um α, ω -bis-(trimetilsiloxi)-poli-dimetil-siloxano, com uma viscosidade compreendida entre 0,01 e 10 Pa.s, numa quantidade compreendida de preferência entre 0 e 100 partes em peso, preferindo-se especialmente quantidades compreendidas entre 30 e 100 partes em peso, em relação a 100 partes em peso do componente (A).

Os polissiloxanos introduzidos como componentes (A) e (B) correspondem ao estado da técnica e podem ser obtidos por processos conhecidos. Também pode ser condizente com a natureza essencial da presente invenção se se utilizarem, em vez dos citados polissiloxanos, outras matérias primas poliméricas correspondentes ao estado da técnica, por exemplo polissiloxanos que, além dos radicais metilo, ainda possuem outros substituintes. Como exemplos dos referidos substituintes podem-se mencionar os radicais fenilo ou radicais vinilo. Também se podem empregar polímeros orgânicos, principalmente hidrocarbonetos aromáticos ou alifáticos, sobretudo hidrocarbonetos ramificados, em vez dos polissiloxanos mencionados no grupo (B), como agentes de amaciamento.

Podem-se obter os amidossilanos (E) de acordo com processos convencionais, descritos por exemplo na patente alemã DE-A 1 247 646, a partir de metil-etoxi-diclorossilano e N-metilbenzamida ou épsilon-caprolactama, na presença de bases.

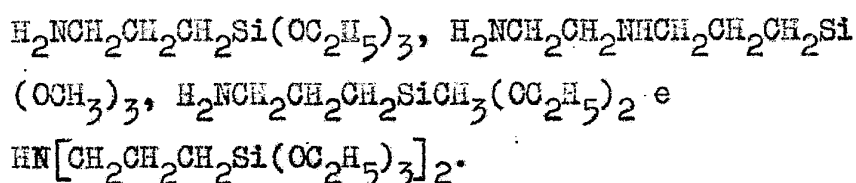
Como cargas (C) interessam as cargas de reforço, como ácido silícico pirógeno ou precipitado e ou materiais minerais que não são de reforço ou o são fracamente com uma composição de carbonato, silicato ou óxido. As superfícies das cargas podem ser previamente tratadas. Preferem-se, em especial, os ácidos silícicos pirogênicos, silanizados e gredas naturais moídas, revestidas com ácido esteárico ou gredas precipitadas. Com especial preferência empregam-se 60 a

- 8 -
Wifama

120 partes em peso e 10 a 30 partes em peso de ácido silícico pirogênico, respectivamente em relação a 100 partes em peso do componente (A).

Como catalisadores de estanho (D) são apropriados os dicarboxilatos de dialquil-estanho. A título de exemplos podem-se citar: acetato de dibutil-estanho, dilaurato de dibutil-estanho, bis(2-etil-hexanoato) de dibutil-estanho ou os correspondentes derivados de dioctilo. Demonstraram ser bem adequados, além disso, as soluções de óxidos de dialquil-estanho, tais como óxido de dibutil-estanho ou óxido de dioctil-estanho nos amino-alkuil-alkoxi-silanos (F), conforme se encontram descritos no pedido de patente europeu EP-A 88117221.7, para as massas 1-K-RTV endurecedoras na oxima.

Como amino-alkuil-alkoxi-silanos (F) são apropriados os compostos como:



Outros compostos deste tipo foram descritos como agentes adesivos ou agentes de reticulação para as pastas de silicone. Como exemplo pode-se mencionar a patente norte-americana 3 888.815.

As massas de acordo com a invenção podem, como é usual nas massas do tipo 1-K-RTV, serem produzidas em misturadores planetários, misturadores de borboleta, dissolvedores, misturadores helicoidais que operam continuamente, ou outros aparelhos adequados para a produção das pastas. Durante a produção e a armazenagem, as massas devem ser protegidas contra uma penetração de humidade do ar. Para a preparação de formas de realização especialmente reactivas, pode ser necessário efectuar as operações de mistura e de embalagem sob gás

Wifano

de protecção seco.

Os seguintes Exemplos vão explicar a invenção com mais pormenores.

Exemplo 1

Num misturador planetário misturaram-se 32,75 partes em peso dum α ,w-di-hidroxi-poli-dimetil-siloxano com a viscosidade de 80 Pa.s, e 26,2 partes em peso de um α ,w-bis-(trimetil-siloxi)-polidimetil-siloxano tendo uma viscosidade de 0,1 Pa.s, com 05 partes em peso de $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$. Em seguida, adicionaram-se 30,0 partes em peso duma greda natural moída e tratada com ácido esteárico e 3,0 partes em peso duma correspondente pasta de pigmento contendo 50% de TiO_2 em óleo de silicone e dispersaram-se. Seguiu-se a adição de 2,8 partes em peso de metil-bis(N-metil-benzamido)-etoxi-silano, 4,5 partes em peso dum ácido silícico pirogénico hidrofóbico e 0,25 partes em peso duma solução de óxido de dibutil-estanho em $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, preparada na temperatura de 100°C com exclusão de humidade. Esta última solução de catalisador possuía um teor de estanho de 20%.

A partir da pasta produziram-se corpos para ensaio em vidro com a dimensão das juntas 12 mm x 12 mm x 50 mm de acordo com a norma industrial alemã DIN 52 455 e determinou-se o seu comportamento quanto a tracção/alongamento.

Tensão de tracção num alongamento de 100%	0,26 MPa
Resistência ao rasgamento	0,33 MPa
Alongamento de ruptura	200 %.

A dureza segundo a norma alemã DIN 53 505, após 14 dias de endurecimento, era de 17 Shore A. As amostras de ensaio quanto à dureza foram submetidas, durante dois meses, a um ensaio de intempérie climática com a temperatura de 55°C e 95% de humidade relativa do ar.

- 8 -
Wifam

Após uma armazenagem subsequente durante uma semana em clima normal, as amostras de ensaio revelaram uma dureza compreendida entre 15 e 18 Shore A. Não se verificaram fenômenos de esboroamento como ocorrem em muitas massas 1-K-RTV nas condições indicadas.

Exemplo 2

Misturaram-se 32,1 partes em peso dum α ,w-di-hidroxi-polidimetil-siloxano com a viscosidade de 80 Pa.s, 26,2 partes em peso dum α ,w-bis(trimetil-siloxi)-polidimetil-siloxano, tendo uma viscosidade de 0,1 Pa.s e 0,5 partes em peso de $H_2NCH_2CH_2NHCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_3$. Em seguida incluíram-se, com dispersão, 30,0 partes em peso da greda natural utilizada no Exemplo 1 e 3,0 partes em peso da pasta de pigmento. A seguir adicionaram-se 3,5 partes em peso de $CH_3Si[N(CH_2)_5CO]_2OC_2H_5$, 4,5 partes em peso do ácido pilíxico pirogénico hidrofóbico e 0,20 partes em peso da solução de catalisador de estanho já utilizada no Exemplo 1. O ensaio de acordo com a norma alemã DIN 52 455 revelou os seguintes índices:

Tensão de tracção num alongamento de 100%	0,24 MPa
Resistência ao rasgamento	0,31 MPa
Alongamento de ruptura	240 %.

Depois de um ensaio de sujeição a condições climáticas extremas como no Exemplo 1, não foi possível constatar nenhuns fenômenos de esboroamento.

9
Wifama

REIVINDICAÇÃO:

Processo para a preparação de massas de silicone de um único componente, vulcanizáveis mediante a adição de humidade, à base duma mistura constituída por

(A) polidimetilsiloxanos típicos, terminados por hidroxil, tendo uma viscosidade compreendida entre 1 e 100 Pa.s;

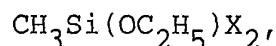
(B) eventualmente, agentes plastificantes;

(C) as cargas convencionais;

(D) um catalizador de dialquilestanho (IV);

caracterizado pelo facto de se misturarem os seguintes componentes por 100 partes em peso de (A)

(E) 2 a 30 partes em peso dum silano de fórmula



na qual

X significa ou $\text{C}_6\text{H}_5\text{CON}(\text{CH}_3)-$ ou $\text{CO}(\text{CH}_2)_5\text{N}-$, e

(F) 0,1 a 5 partes em peso de um aminoalquilalcoxissilano, que contém um ou mais átomos de azoto básicos, ligados a um átomo de silício por pelo menos 3 átomos de carbono, em que a proporção quantitativa molar dos componentes (E) e (F) é, pelo menos, 2, 5.

Lisboa, 8 de Outubro de 1991

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

Américo da Silva Carvalho

AMÉRICO DA SILVA CARVALHO

Agente Oficial de Propriedade Industrial

Rua Marquês de Fronteira, N.º 127 - 2.º

1000 LISBOA