

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 813049 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentsökan - Patent application 813049

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C08G

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 30.09.1981

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 30.09.1981

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 31.03.1982

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 12.06.2019

(32) (33) (31) Etuokeus - Prioritet - Priority

30.09.1980 US 192,319

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Union Carbide Corporation, 270 Park Avenue, New York, N.Y. 10017, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Keogh, Michael John, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Boco IP Oy Ab, Itämerenkatu 5, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Silaanimodifioitujen alkyleeni-alkyyli- akrylaattien sekapolymeerien valmistus, orgaano-titanaatteja sisältävä polysiloksaanit ja niiden käyttö silaanimodifioitujen alkyleeni- alkyyliakrylaattien sekapolymeerien valmistuksessa.

Framställning av silanmodifierade copolymerer av alkylen-alkyl-akrylater, polysiloxaner i vilka ingår organo-titanater och användning av dessa vid framställning av silanmodsilanmodifierade copolymerer av alkylen- alkyl-akrylater.

Menetelmä silaanilla modifioitujen alkeenien ja alkyliakrylaattien sekapolymeraattien valmistamiseksi, orgaanisia titanaatteja sisältävät polysiloksaanit ja niiden käyttö silaanilla modifioitujen alkeenien ja alkyliakrylaattien sekapolymeraattien valmistamiseksi

Förfarande för framställning av silanmodifierade kopolymerat av alkener och alkylakrylater, polysiloxaner i vilka ingår organiska titanater, och användningen av dessa vid framställning av silanmodifierade kopolymerat av alkener och alkylakrylater

Keksinnön kohteena on menetelmä alkeenien ja alkyliakrylaattien silaanilla modifioitujen sekapolymeraattien valmistamiseksi siten, että saatetaan keskenään reagoimaan polysiloksaani ja alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraatti. Näitä sekapolymeraatteja voidaan ruiskupuristaa sähköjohtimille ja haluttaessa kovettaa vedellä ristisilloittuneiksi tuotteiksi, joita käytetään sähköjohtimien eristeenä, jolle on tunnusomaista entistä paremmat pintaominaisuudet. Erikoisesti tämän keksinnön kohteena ovat sellaiset polysiloksaanit, joihin on yhdistetty orgaanista titanaattia, ja näiden polysiloksaanien käyttäminen alkeenien ja alkyliakrylaattien silaanilla modifioitujen sekapolymeraattien valmistamiseksi.

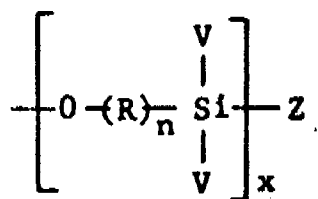
Alkeenin ja alkyliakrylaattien vedellä kovetettavia, silaanilla modifioituja sekapolymeraatteja ja menetelmä niiden valmistamiseksi siten, että saatetaan reagoimaan seos, joka sisältää silaania ja alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraattia, on yksityiskohtaisesti selitetty hakijan tähän hakemukseen liittyvässä US-hakemuksessa nro 70.785, jätetty 29.8.1978, minkä hakemuksen selitys sisällytetään tähän hakemukseen viitteenä. Tässä tähän hakemukseen liittyvässä hakemuksessa selitetyt, silaanilla modifioidut sekapolymeraatit voidaan ruiskupuristaa sähköjohtimille, kuten lan-

goille ja kaapeleille ja kovettaa vedellä ristosilloittuneiksi tuotteiksi laadultaan erinomaisen eristeen saamiseksi näihin johtimiin.

Ennen silaanilla modifioitujen alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraattien ruiskupuristamista langoille ja kaapeleille on tavanomaisesti haitallisia haihtuvia komponentteja poistettu näistä sekapolymeraateista. Tällaisten haitallisten haihtuvien komponenttien läsnäolo voisi näet johtaa onteloiden muodostumiseen ruiskupuristetussa eristeessä, mikä huonontaa valmiin eristetyn tuotteen ulkonäköä ja eräissä tapauksissa lyhentää sen käyttöikää. Haitallisten haihtuvien komponenttien poistaminen silaanilla modifioiduista sekapolymeraateista vähentää lisäksi hajuongelmia, joita esiintyy ruiskupuristimen luona ja eristetyn langan tai kaapelin yhteydessä. Haihtuvien komponenttien poistaminen valmiista silaanilla modifioiduista sekapolymeraateista myöhemmässä haihduttamisvaiheessa pidentää ilmeisesti eristetyn tuotteen valmistukseen kuluvaan aikaa ja lisää myös näiden tuotteiden kustannuksia.

Keksinnön mukaan voidaan valmistaa silaanilla modifioituja alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraatteja, joissa ei ole haitallisia haihtuvia komponentteja, ja jotka tämän ansiosta eivät kaipaa myöhempää haihduttamisvaihetta. Keksinnön mukaan valmistetut silaanilla modifioidut sekapolymeraatit voidaan suoraan ruiskupuristaa langoille ja kaapeleille ja kovettaa vedellä ristosilloittuneiksi tuotteiksi sellaisen eristeen saamiseksi, jossa ei ole haitallisia onteloita ja joka ei kehittä hajua.

Keksinnön erään suoritusmuodon mukaan valmistetaan silaanilla modifioitu sekapolymeraatti saattamalla reagoimaan seos, jossa on alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraattia ja polysiloksaania, joka sisältää seuraavan kaavan mukaisia toistuvia yksiköitä



jossa kaavassa R on hiilivetyradikaali, jokainen V, joka voi olla samanlainen tai erilainen, on vety, hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä, Z on hydrolysoitavissa oleva ryhmä, n on kokonaisluku, jonka arvo on 1...18, ja x on kokonaisluku, jonka arvo on vähintään 2, yleensä 2...1000, edullisesti 5...25.

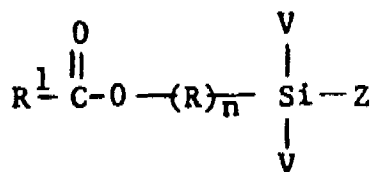
Sopivina symbolin R tarkoittamina hiilivetyradikaaleina mainittakoon alkeeniradikaalit, joissa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...6 hiiliatomia, kuten meteeni, eteeni, propeeni, buteeni, hekseeni, jne, alkoksiradikaalit, joissa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...6 hiiliatomia, kuten metyylioksimetyyli, metyylioksipropyyli, etyylioksietyyli, etyylioksipropyyli, propyylioksipropyyli, propyylioksibutyli, propyylioksiheksyyli, jne.

Kuten edellä mainittiin, voi jokainen V olla vety, hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä. Sopivien hiilivetyradikaalien esimerkkeinä mainittakoon alkyyliradikaalit, joissa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...6 hiiliatomia, kuten metyyli, etyyli, n-propyyli, isopropyyli, n-butyli, n-heksyyli, jne., edelleen alkoksiradikaalit, joissa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...6 hiiliatomia, esim. metoksi, etoksi, propoksi, heksoksi, dodesyylioksi, metoksietoksi, jne., edelleen aryyliiradikaalit, joissa on 6...8 hiiliatomia, kuten fenyyli, metyylifenyyli, etyylifenyyli, jne., myös sykloalifaattiset radikaalit, joissa on 5...8 hiiliatomia, kuten syklopentyyli, sykloheksyyli, sykloheksyylioksi, jne.

Z on, kuten edellä mainittiin, hydrolysoitavissa oleva ryhmä, joista voidaan mainita edellä symbolin R yhteydessä selitetyt alkoksiradikaalit, edelleen oksiaryyliradikaalit, kuten oksifenyyli, jne., oksialifaattiset radikaalit, kuten oksiheksyyli, jne., halogeenit, kuten kloori, jne., ja muut hydrolysoitavissa olevat ryhmät, kuten on lähemmin selitetty US-patentissa 3.408.420, John B. Wiggill, myönnetty 29.10.1968.

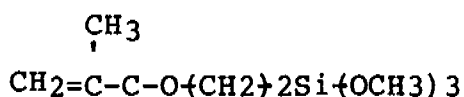
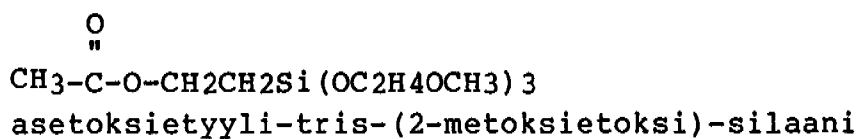
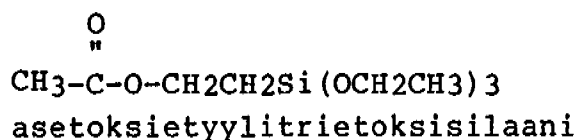
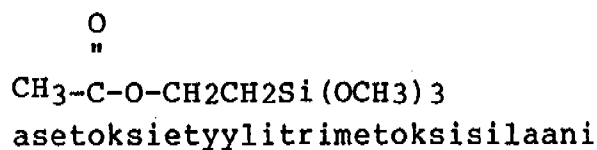
Polyoksisilaaneja, joissa on kaavan I puitteisiin lankeavia toistuvia yksiköitä, voidaan valmistaa kuten on selitetty US-patentissa 3.193.567, Gerd Rosmy, myönnetty 6.6.1965, tai kondensoimalla tai polymeroimalla silaani, joka lankeaa kaavan II puitteisiin, metallikarboksilaatin ollessa läsnä. Soveltuvista metallikarboksilaateista mainittakoon dibutyylitina-dilauraatti, tina-asetatti, tina-oktoaatti, lyijynaftenaatti, sinkkioktoaatti, rauta-2-etyyliheksaatti, jne.

Polysiloksaanien valmistuksessa sovelletut olosuhteet, reaktiolämpötila, materiaalmäärät, jne., ovat metallikarbooksilaatteja katalysaattoreina käytettäessä samat kuin seuraavassa selitetään orgaanisten titanaattien käytön yhteydessä.

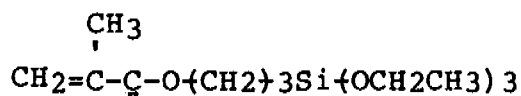


jossa kaavassa R1 on hiilivetyradikaali, esim. alkyyliradi-
kaali, jossa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...4 hiili-
atomia, esim. metyyli, etyyli, n-propyyli, isopropyyli,
n-butyli, jne., alkeeniradikaalit, joissa on 2...18 hiili-
atomia, edullisesti 2...4 hiiliatomia, kuten eteeni, pro-
peeni, jne., aryyli- radikaalit, joissa on 6...10 hiiliatomia,
kuten fenyyli, bentsyyli, jne. Muut vaihtelevat tekijät
ovat samat kuin edellä on määritetty.

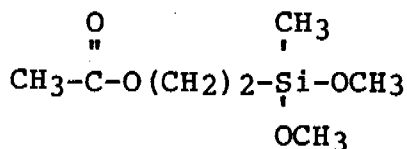
Esimerkkeinä sopivista silaaneista, jotka lankeavat kaavan II puitteisiin, esitetään seuraavat:



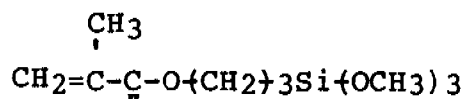
metakryylioksietyylitrimetoksisilaani



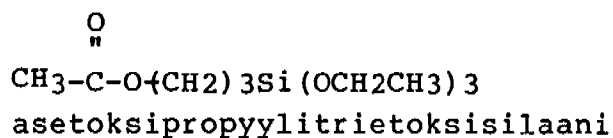
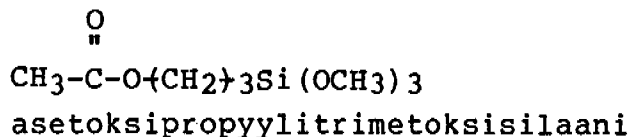
γ -metyyliakryylioksiopropyylitrietoksisilaani

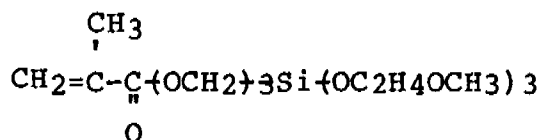


asetoksietyylimetyylidimetoksisilaani



γ -metakryylioksiopropyylitrimetoksisilaani





γ -metakryylioksiipropyli-tris-(2-metoksietoksi)-silaani

Keksinnön kannalta edulliset polysiloksaanit sisältävät toistuvia kaavan I puitteisiin lankeavia yksiköitä, joihin on liittynyt orgaaninen titanaatti. Orgaanisella titanaatilla modifioituja polysiloksaaneja voidaan käyttää sellaisinaan, ilman ylimääräistä orgaanista titanaattikatalysaattoria reaktion suorittamiseksi alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraattien kanssa.

Edullisesti käytettävien polysiloksaanien viskositeetti on noin 0,5 poisia...noin 150 poisia, edullisesti noin 1...noin 20 poisia, kuten määritetään Gardner-Holt-tyyppisellä kupla-viskosimetrillä 25 °C:ssa.

Orgaanisella titanaatilla modifioituja polysiloksaaneja voidaan valmistaa saattamalla kaavan II puitteisiin lankeavaa silaania sisältävä seos reagoimaan kaavan III puitteisiin lankeavan orgaanisen titanaatin kanssa.

Kaava III



jossa kaavassa jokainen R₂, joka voi olla samanlainen tai erilainen, on vety tai hiilivetyradikaali, jossa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...14 hiiliatomia.

Sopivien hiilivetyradikaalien esimerkkeinä mainittakoon alkyyliradikaalit, kuten metyyli, etyyli, n-propyyli, isopropyyli, butyyli, oktyyli, lauryyli, myristyyli, stearyyli, jne., sykloalifaattiset radikaalit, kuten syklopentyyli, sykloheksyyli, jne., aryyli- radikaalit, kuten fenyyli, metyyli- fenyyli, kloorifenyyli, jne., alkaryyliradikaalit, kuten bentsyyli, jne.

Erikoisen edullisia kaavan III puitteisiin lankeavia titanaatteja ovat ne, joissa jokainen R² on alkyyli, jossa on 1...18 hiiliatomia, edullisesti 1...14 hiiliatomia, joista esimerkkeinä mainittakoon tetrabutyyli-titanaatti, tetraiso-propyyli-titanaatti, jne.

Kaavan III puitteisiin lankeavat orgaaniset titanaatit ovat tunnettuja yhdisteitä, joita voidaan edullisesti valmistaa, kuten on selitetty US-patentissa 2.984.641, Leon E. Wolinski, myönnetty 16.5.1961.

Muita sopivia orgaanisia titanaatteja ovat orgaaniset titaanikelaatit, kuten tetraoktyleeniglykolititaani, trietanoliamiinititanaatti, titaaniasetyyliasetonaatti, titaanilaktaatti, jne.

Orgaanista titanaattia käytetään vähintään katalyyttisin määrin orgaanisella titanaatilla modifioitujen polysiloksaanien valmistamiseksi, toisin sanoen käytetään sellaista määrää, joka riittää kondensaatio- ja polymerointireaktion katalysoimiseksi siten, että muodostuu polysiloksaani. Sääntönä mainittakoon, että käytetty määrä orgaanista titanaattia on suuruusluokkaa noin 0,001...noin 25 paino-%, silaanimonomeerin painosta laskettuna. Edullisesti käytetään noin 0,5...noin 5 paino-% orgaanista titanaattia, silaanimonomeerin painosta laskettuna.

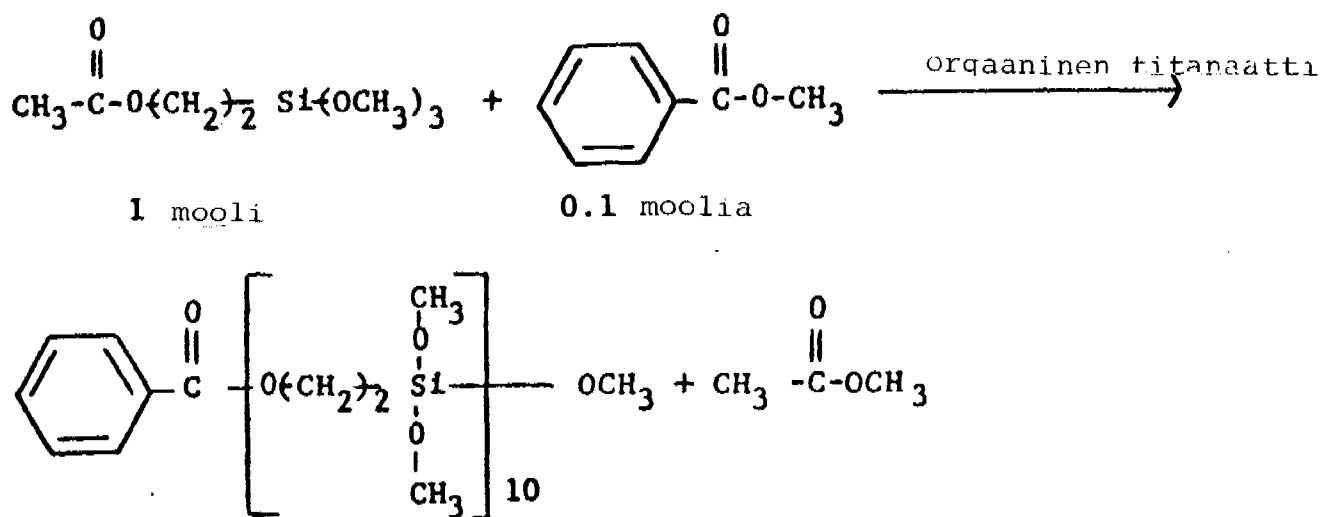
Lämpötilaa, jossa reaktio suoritetaan, voidaan vaihdella laajoissa rajoissa esim. noin 0 °C...noin 250 °C. Edullisesti käytetään rajoissa noin 70 °C...noin 130 °C olevaa lämpötilaa. Reaktio voidaan myös suorittaa sopivassa liuottimessa, jonka esimerkkinä mainittakoon hiilivetyliuottimet, kuten tolueeni, ksyleeni, kumeeni, dekaliini, dodekaani, klooribentseeni, jne.

Orgaanisen titanaatin ja silaanimonomeerin välinen reaktio voidaan suorittaa ilman paineessa tai tätä pienemmässä tai suuremmassa paineessa. Reaktion myöhemmät vaiheet suorite-

taan edullisesti ilman painetta pienemmässä paineessa, jotta haihtuvat sivutuotteet voitaisiin helpommin poistaa. Reaktio suoritetaan myös inerttiä kaasua, kuten typpeä tai argonia suojakaasuna käyttäen, jotta vältettäisiin geelin muodostuminen vedelle herkän tuotteen takia.

Polysiloksaanin toistuvien kaavan I mukaisten yksiköiden säätö voidaan suorittaa lisäämällä reaktioseokseen ketjun päätesuojan muodostavaa yhdistettä, esim. korkealla kiehuva esterä reaktion alussa tai reaktion missä tahansa sopivassa vaiheessa.

Polysiloksaanin toistuvien yksiköiden määrä on sama kuin silaanimonomeerin ja ketjun päätesuojana toimivan yhdisteen moolisuhde, kuten seuraava yksinkertaistettu reaktiokaava esimerkkinä näyttää, jossa kaavassa silaanina on asetoksietyylitrimetoksisilaani, ja korkealla kiehuvana esterinä on käytetty metyylibentsoaattia.



Sopivien ketjun päätesuojan muodostavien yhdisteiden yleinen

kaava on $\text{R}^3\text{-}\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{C}}}\text{-R}^3$

jossa kaavassa jokainen R^3 , joka voi olla sama tai erilainen, on hiilivetyradikaali, joka on määritelty symbolin R^2 yhteydessä.

Reaktion päättymisen osoituksena on haihtuvien komponenttien kehittymisen päättyminen ja koottujen haihtuvien komponenttien paino/tilavuussuhde, verrattuna teoreettiseen paino/tilavuussuhteeseen. Vaihtoehtoisesti reaktion voidaan antaa jatkaa haluttuun viskositeettitasoon asti ja reaktiokomponentit jäähdyttää reaktion pysäyttämiseksi.

Alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraattit, joiden kanssa polysiloksaanit saatetaan reagoimaan silaanilla modifioitujen sekapolymeraattien muodostamiseksi, ovat tunnettuja sekapolymeraatteja, joita valmistetaan saattamalla jokin alkeeni reagoimaan jonkin alkyyliakrylaatin kanssa.

Sopivia alkeeneja ovat eteeni, propeeni, buteeni-1, isobutyleeni, penteeni-1, 2-metyylibuteeni-1, 3-metyylibuteeni-1, hekseeni, hepteeni-1, okteeni-1, vinyylikloridi, styreeni, jne.

Alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraatin alkeeniosa sisältää yleensä 2...18 hiiliatomia, edullisesti 2...3 hiiliatomia.

Alkeenin kanssa sekapolymeroitavat edulliset alkyyliakrylaattimonomeerit lankeavat seuraavan kaavan puitteisiin:



jossa kaavassa R⁴ on vety tai metyyli, ja R⁵ on alkyyli, jossa on 1...8 hiiliatomia. Tämän kaavan puitteisiin lankeavista yhdisteistä mainittakoon esimerkkeinä metyyliakrylaatti, etyyliakrylaatti, t-butyliakrylaatti, metyyliimetakrylaatti, n-butyliakrylaatti, n-butyliimetakrylaatti, 2-etyyliheksyyliakrylaatti, jne.

Alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraattien tiheys (ASTM D 1505) on normin ASTM D 147-172 mukaan suhditettuna rajoissa noin 0,92...noin 0,94, ja sulamisindeksi (ASTM-1238 mukaan 304 kPa koepaineessa) noin 0,5...noin 500 desig/min.

Keksinnön kannalta edullinen sekapolymeraatti on eteenin ja etyyliakrylaatin sekapolymeraatti, jossa yleensä on noin 1...noin 50 paino-% yhdistynyttä etyyliakrylaattia, edullisesti noin 2...noin 20 paino-% yhdistynyttä etyyliakrylaattia.

Alkeenin ja alkyyliakrylaatin silaanilla modifioitua sekapolymeraattia valmistetaan saattamalla edellä selitetty polysiloksaani reagoimaan alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraatin kanssa orgaanisen titaanikatalyysaattorin ollessa läsnä.

Niissä tapauksissa, joissa polysiloksaani sisältää yhdistynyttä orgaanista titanaattia, voidaan mahdollisesti tulla toimeen lisäämättä orgaanista titanaattikatalyysaattoria, varsinkin siinä tapauksessa, että vähintään noin 0,5 paino-% orgaanista titanaattia, silaanimonomeerin painosta laskettuna, on käytetty polysiloksaanin valmistuksessa.

Reaktioseokseen lisätty määrä orgaanista titanaattikatalyysaattoria on katalyyttinen määrä, joka riittää polysiloksaanin ja sekapolymeraatin välisen reaktion katalysoimiseksi. Edullinen määrä on rajoissa noin 0,001...noin 50 paino-%, ja erikoisesti noin 0,1...noin 25 paino-%, polysiloksaanin painosta laskettuna.

Käytetty määrä polysiloksaania voi vaihdella rajoissa noin 0,05...noin 10, edullisesti noin 0,3...noin 5 paino-%, sekapolymeraatin painosta laskettuna.

Lämpötila, jossa reaktio suoritetaan, ei ole kriittinen, vaan se voi edullisesti vaihdella rajoissa noin 80 °C...300 °C, varsinkin rajoissa noin 150 °C...noin 230 °C.

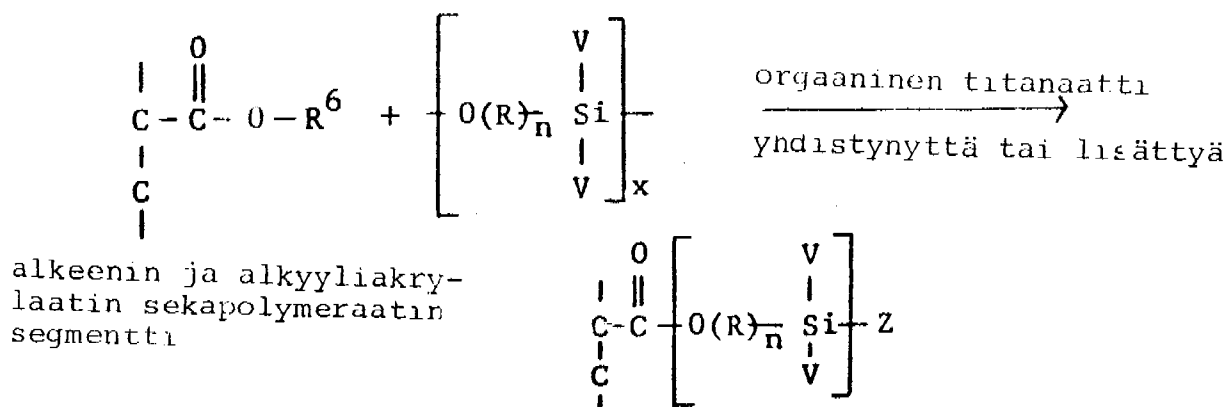
Reaktio voidaan suorittaa ilman paineessa tai tätä pienemmässä tai suuremmassa paineessa, vaikka edullisesti käytetään ilman painetta liuottimien ollessa läsnä, kuten edellä selitettiin.

Reaktion päätyminen voidaan todeta mittaamalla viskositeetti ja toteamalla, että se ei enää muutu.

Silaanilla modifioitu sekapolymeraatti otetaan talteen antamalla reaktiosäiliön sisällön jäähtyä ja poistamalla tämä sisältö sopivaan astiaan varastointia varten, edullisesti inertin suojakaasun alla.

Reaktio voidaan suorittaa missä tahansa sopivassa laitteessa, edullisesti sellaisessa laitteessa, jossa sekapolymeeraattiin kohdistuu mekaanista sekoittamista, kuten Brabender-sekoittimessa, Banbury-sekoittimessa tai ruiskupuristimessa. Polysiloksaani voidaan lisätä sulassa tilassa olevaan sekapolymeraattiin ja tämän jälkeen lisätä mahdollisesti tarvittava orgaaninen titanaatti. Vaihtoehtoisesti voidaan tarvittava orgaaninen titanaatti lisätä sekapolymeraattiin ennen polysiloksaanin lisäämistä. Orgaaninen titanaatti ja polysiloksaani voidaan myös sekoittaa ennalta ja sitten lisätä sulaan polymeraattiin.

Alkeenin ja alkyliakrylaatin sekapolymeraatin ja polysiloksaanin välinen reaktio voidaan kuvata seuraavalla kaavalla



jossa kaavassa vaihtelevat tekijät ovat samat kuin edellä on määritelty ja piitä sisältävää yksikköä on läsnä vähintään noin 0,05 paino-%, yleensä noin 0,1...noin 10 paino-% ja edullisesti noin 0,3...noin 5 paino-%, modifioidun sekapolymeraatin painosta laskettuna.

Alkeenin ja alkyliakrylaatin silaanilla modifioidun sekapolymeraatin kovettuminen eli ristisilloittuminen aikaansaadaan saattamalla sekapolymeraatti alttiiksi kosteudelle. Ilman kosteus riittää yleensä kovettumisen aikaansaamiseksi 48 tunnissa.

Kovettumisnopeutta voidaan kiihdyttää siten, että kovettuminen tapahtuu 30 minuutissa, saattamalla sekapolymeraatti alttiiksi keinotekoisesti kostutetulle ilmalle tai upottamalla se veteen ja lämmittämällä korotettuihin lämpötiloihin, tai saattamalla sekapolymeraatti alttiiksi vesihöyrylle.

Kovettaminen suoritetaan yleensä lämpötiloissa, jotka ovat suuruusluokkaa noin 23 °C...noin 100 °C, edullisesti noin 70 °C...noin 100 °C.

Ristisilloittuminen voidaan lisäksi toteuttaa silanoli-kondensaatiokatalysaattorin ollessa läsnä. Keksinnön eräs ainutlaatuinen tunnusmerkki on, että ristisilloittumisreaktio voidaan suorittaa huomattavan nopeasti, ilman että lisä-

tään silanoli-kondensaatiokatalysaattoria. Silaanilla modifioitujen sekapolymeraattien valmistuksessa läsnä olevat orgaaniset titanaattikatalysaattorit tai katalysaattorijätteet katalysoivat myös ristosilloittumisreaktiota.

Vaihtoehtoisesti voidaan ristosilloitus käsittelyssä käyttää monenlaisia eri materiaaleja, jotka toimivat silanoli-kondensaatiokatalysaattoreina, ja jotka tunnetaan tämän alan tekniikasta. Näistä materiaaleista mainittakoon edellä selitetyt metallikarboksylaattit, orgaaniset emäkset, kuten etyyliamiini, heksyyliamiini, dibutyliamiini ja piperidiini, tms. ja hapot, kuten mineraalihapot ja rasvahapot, tms.

Keksinnön mukaisiin silaanilla modifioituihin sekapolymeraatteihin voidaan lisätä erilaisia lisäaineita tämän alan tekniikassa tunnetuin määrin, esim. täyteaineita, joista mainittakoon hiilimusta, savi, talkki, magnesiumsilikaatti, kalsiumkarbonaatti, piidioksidi, alumiinihydroksidi, jne.

Silaanilla modifioidut sekapolymeraattit voidaan tehdä tulta hidastaviksi lisäämällä niihin halogeenipitoisia tulenhidastusaineita, kuten dekabromidifenyylioksidia, kloorattua polyeteeniä, polyvinyylikloridia ja halogenoituja parafiinivahoja, yksistään tai sekoitettuina orgaanisiin tai epäorgaanisiin antimonyhdisteisiin, joista mainittakoon antimonioksidi ja/tai maa-alkalimetallioksidit, -karbonaatit, -hydroksidit ja -sulfaatit. Tällaisista maa-alkalimetal-liyhdisteistä mainittakoon kalsiumoksidi, kalsiumkarbonaatti, kalsiumhydroksidi, kalsiumsulfaatti, magnesiumoksidi, magnesiumkarbonaatti, magnesiumhydroksidi ja magnesiumsulfaatti.

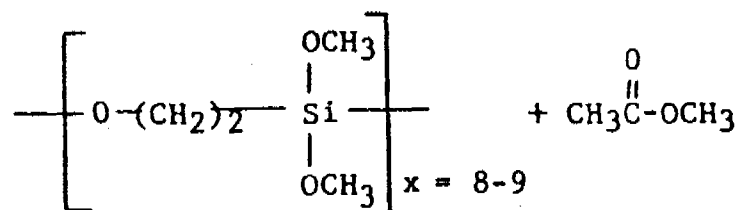
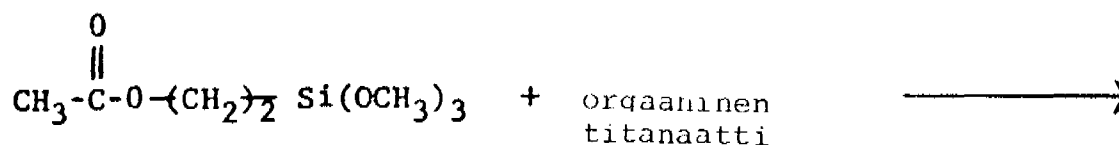
On huomattava, että kaikki tässä mainittujen patenttien selitykset sisällytetään tähän hakemukseen viitteenä.

Seuraavat esimerkit havainnollistavat edelleen keksintöä, mutta eivät rajoita sitä.

Esimerkki 1

A. Polysiloksaanin valmistus

Reaktiokaava polysiloksaanin valmistamiseksi voidaan kuvata seuraavasti, jolloin silaanimonomeerina oli asetoksietyyli-trimetoksisilaani:



Pantiin 104 g (0,5 moolia) asetoksietyylimetoksisilaania 250 ml:n kolmikaulaiseen pyöreäpohjaiseen pulloon ja lämmitettiin 75 °C:een tyyppä suojakaasuna käyttäen. Pullon sisällön saavutettua 75 °C:n lämpötilan, lisättiin ruiskun avulla 1,191 g tetraisopropyylititanaattia. Reaktioseosta lämmitettiin 3 tuntia 95...110 °C:ssa. Reaktion aikana kehittyvät haihtuvat komponentit tiivistettiin kuivajääloukussa. Kolmen tunnin jakson päätyttyä pullon sisältö jäähdytettiin huoneenlämpöön, noin 23 °C:een, jäännös poistettiin pullosta, punnittiin ja varastoitiin tyyppä suojakaasuna käyttäen.

Tuotos	Saatu määrä	Teoreettinen määrä	Prosentteja teoreettisesta määrästä
Haihtuvia komponentteja	32,9 g	37 g	87
Polysiloksaani-tuotetta	69,0 g	71,8 g	96

Polysiloksaanituotteen viskositeetti 3,4 poisia.

Infrapuna-analyysi

Haihtuvat komponentit:

Voimakas absorptio aallonpituudella 1685 cm⁻¹, mikä pitää yhtä voimakkaan absorption kanssa aallonpituudella 1690 cm⁻¹, joka vastaa metyyliasetaatin tunnettua näytettä.

Polysiloksaanituote:

Voimakas absorptio aallonpituudella 1080 cm⁻¹, mikä vastaa Si-O-CH₃-ryhmää, heikko absorptio aallonpituudella 1692 cm⁻¹, mikä vastaa karbonyyliryhmien merkityksellistä pelkistymistä.

Suureen n arvo 8...9 vastaa tuotteen viskositeettia ja talteenotettujen haihtuvien komponenttien määrää.

B. Eteenin ja etyyliakrylaatin silaanilla modifioidun sekapolymeraatin valmistus

Brabender-sekoittimeen, jonka tilavuus oli 300 ml, ja joka oli lämmitetty 160 °C:een ja suojattu argonikaasulla, lisättiin 244 g eteenin ja etyyliakrylaatin sekapolymeraattia, jonka sulamisindeksi oli 1,2 ja jossa oli 16 paino-% yhtynyttä etyyliakrylaattia, ja hapetuksen estoaineena 126 g 1-2-dihydro-2,3,4-trimetyylikinoliinia. Tätä seosta sekoitettiin nopeasti 2 minuuttia. Sekoitettuun seokseen lisät-

tiin ruiskun avulla 5,80 g kohdan A. mukaisen polysiloksaanin ja dibutyylitinadilauraatin seosta. Tässä seoksessa oli 97 paino-% polysiloksaania ja 3 paino-% dibutyylitinadilauraattia. Homogeenisuuden tultua saavutetuksi Brabender-sekoittimessa, minkä osoituksena oli vääntömomentin mitatun arvon pysyminen vakiona, lisättiin sekoittimen sisältöön 1,26 g tetraisopropyyylititanaattia. Sekoittimen sisältö pidettiin sitten 160...170 °C:ssa 30 minuuttia, minkä seurauksena tapahtui reaktio, jossa silaani reagoi eteenin ja etyyliakrylaatin sekapolymeraatin kanssa, minkä osoituksena mittarin osoittama vääntömomentti suureni. Reaktion aikana kehittyneet haihtuvat komponentit kondensoitiin kuivajääloukussa, joka oli yhdistetty sekoittimeen. 30 minuutin pituisen jakson lopussa sekoittimen sisältö tyhjennettiin polyeeteenipussiin, jossa suojakaasuna oli argonia.

Koottujen haihtuvien komponenttien paino oli 0,03 g.

Esimerkki 2

Tämä esimerkki suoritettiin samalla tavoin kuin esimerkki 1, paitsi että ei käytetty tetraisopropyyylititanaatin lisämäärää. Reaktiokomponentit ja niiden määrät olivat seuraavat:

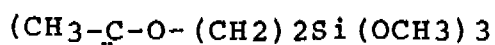
eteenin ja etyyliakrylaatin sekapoly-	
meraattia (samaa kuin käytettiin esimerkissä 1)	246 g
1,2-dihydro-2,3,4-trimetyylikinoliinia	1,26 g
polysiloksaania (valmistettu esimerkissä 1 A	
selitetyllä tavalla)	5,80 g

Koottujen haihtuvien komponenttien paino oli 0,03 g.

Vertailu

Brabender-sekoittimeen, jonka tilavuus oli 300 ml, ja joka oli lämmitetty 160 °C:een ja jossa argonia käytettiin suojakaasuna, lisättiin 241 g eteenin ja etyyliakrylaatin sekapolymeraattia, jonka sulamisindeksi oli 1,2, ja jossa oli 16 paino-% yhdistynyttä etyyliakrylaattia ja 1,26 g 1,2-dihyd-

ro-2,3,4-trimetyylikinoliinia. Tätä seosta sekoitettiin nopeasti 2 minuuttia. Sekoitettuun seokseen lisättiin ruiskun avulla 8,84 g asetoksietyylitrimetoksisilaanin



O

ja dibutyylitinadilauraatin seosta. Tässä 8,84 g painavassa seoksessa oli 97 paino-% asetoksietyylitrimetoksisilaania ja 3 paino-% dibutyylidilauraattia. Homogeenisuuden tultua saavutetuksi seoksessa, minkä osoituksena oli mitatun vääntömomentin arvon pysyminen vakiona, lisättiin sekoittimen sisältöön 1,26 g tetraisopropyylititanaattia. Sekoittimen sisältö pysytettiin 160...170 °C:ssa 30 minuuttia, minkä tuloksena oli reaktio, jossa silaani reagoi eteenin ja etyyliakrylaatin sekapolymeraatin kanssa. Reaktion aikana kehittyneet haihtuvat komponentit kondensoitiin kuivajääloukussa, joka oli yhdistetty sekoittimeen. Tämän 30 min pituisen jakson kuluttua sekoittimen sisältö siirrettiin polyeteenipussiin, jossa suojakaasuna oli argonia.

Koottujen haihtuvien komponenttien paino oli 3,01 g.

Esimerkin 1, esimerkin 2 ja vertailun 1 mukaisten silaanilla modifioitujen sekapolymeraattien 20 g painavat näytteet puristettiin levyiksi, joiden mitat olivat noin 76 mm x 76 mm x 1,9 mm, viiden minuutin puristusjakson kuluessa 110...115 °C:ssa ja 35 MPa paineessa.

Levyt kovetettiin ripustamalla ne veteen kolmeksi tunniksi. Veden lämpötila oli 90 °C. Tämän kolme tuntia kestäneen vedessä suoritettun kovettamisen jälkeen levyt poistettiin vedestä, pyyhkäistiin kuiviksi ja pantiin alipaineuuniin, jonka lämpötila oli 50 °C, tunnin ajaksi jäljellä olevan veden poistamiseksi.

Tämän jälkeen levyjen ristosilloittumisaste mitattiin "Monsanto Rheometer"-kojeen avulla. Tämä koemenetelmä on lähemmin selitetty US-patentissa 4.018.852, Donald L. Schober,

myönnetty 19.4.1977. Tämän patentin piirustuksen kuvio 1 näyttää tyypillistä "Rheometer"-käyrää. Vulkanoitumis- tai ristisilloittumisaste merkitään = H ja vääntömomentti mitataan rheometer-koelaitteessa suureena kg.cm.

Kokeiltujen levyjen tulokset olivat seuraavat:

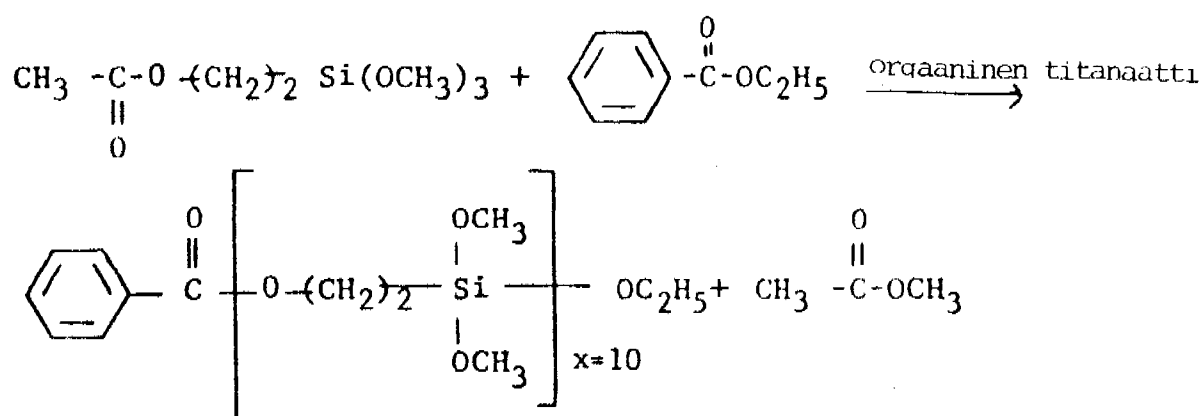
	kahden kokeillun levyn keskiarvo
esimerkin 1 mukaiset levyt	0,95 kg.cm
esimerkin 2 mukaiset levyt	- " -
vertailun 1 mukaiset levyt	- " -

Tulokset näyttävät, että polysiloksaanin kanssa reagoimaan saatetulla sekapolymeraatilla on sama ristisilloittumisaste, mutta kehittyy merkityksellisesti vähemmän haihtuvia komponentteja kuin sekapolymeraatista, joka on saatettu reagoimaan silaanimonomerin kanssa.

Esimerkki 3

Tämä esimerkki kuva polysiloksaanin valmistusta ketjun päätesuojaryhmää käyttäen.

Kolmen litran pulloon pantiin 2140 g (10,29 moolia) asetoksietyylitrimetoksisilaania, 154 g (1,03 moolia) etyylibentsoaattia ja pullon sisältö lämmitettiin 85 °C:een. Tähän seokseen lisättiin sitten 21 g tetraisopropyylititanaattia. Liuos pidettiin argonisuojausalla ja sekoitettiin 5 3/4 tuntia 94...125 °C:ssa. Tämän ajan kuluessa koottiin 752 g haihtuvia komponentteja asetoni-kuivajääloukkuun. Tämä oli 98,8% metyyliasetaatin teoreettisesta määrästä, joka laskettiin 100-prosenttisen muuttumisen perusteella. Talteenotettu polysiloksaanimäärä oli 1545 g eli 99,3% teoreettisesta tuotoksesta. Tuotteen viskositeetti oli 1,4 poisia. Valmistus tapahtui seuraavan kaavan mukaan:



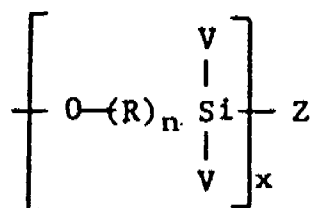
Esimerkki 4

Esimerkki 3 toistettiin käyttämällä samoja reaktiokomponentteja, samoja moolimääriä ja samoja reaktio-olosuhteita paitsi, että silaanimonomeerinä käytettiin asetoksietyylimetyyliidimetoksisilaania. Tuotteen viskositeetti oli 1,4 poisia.

Vaikka silaanilla modifioidut alkeenin ja alkyyliaakrylaattien sekapolymeratit ensikädessä on selitetty eristyskäytön yhteydessä, voidaan niitä myös käyttää teollisuuskaapeliin, puhelinlankojen ja -kaapeliin vaippana.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä vedellä kovetettavan, silaanilla modifioidun alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraatin valmistamiseksi t u n n e t t u siitä, että saatetaan reagoimaan seos, jossa on alkeenin ja alkyyliakrylaatin sekapolymeraattia, polysiloksaania, jonka toistuvien yksiköiden kaava on

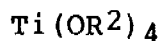


jossa kaavassa R on hiilivetyradikaali, jokainen V on vety, hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä, ja Z on hydrolysoitavissa oleva ryhmä, n on kokonaisluku 1...18, x on kokonaisluku, joka on vähintään =2, ja jossa reaktioseoksessa on orgaanista titanaattia.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että se suoritetaan noin 80...noin 300 °C:ssa.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että se suoritetaan noin 150 °C:ssa...noin 230 °C:ssa.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaanisen titanaatin kaava on



jossa jokainen R² on vety tai hiilivetyradikaali.

5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että jokainen R² on alkyyliradikaali, jossa on 1...18 hiiliatomia.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että mainittuna sekapolymeraattina on eteenin ja
etyyliakrylaatin sekapolymeraatti.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että toistuvan silaaniyksikön R on alkeeniradi-
kaali, jossa on 1...18 hiiliatomia.

8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että toistuvan silaaniyksikön R on $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$.

9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että toistuvan silaaniyksikön jokainen V on
metoksi.

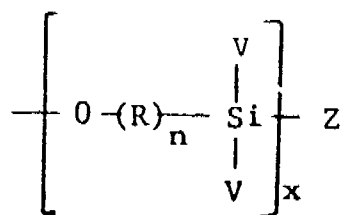
10. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että orgaanisena titanaattina on tetraisopro-
pyylititanaatti tai tetrabutyyliititanaatti.

11. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että orgaanista titanaattia on läsnä noin 0,1
...noin 25 paino-%, laskettu polysiloksaanin painosta.

12. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että polysiloksaania on läsnä noin 0,05...noin
10 paino-%, laskettu sekapolymeraatin painosta.

13. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t -
t u siitä, että polysiloksaani sisältää yhdistynyttä orgaa-
nista titanaattia.

14. Polysiloksaani, t u n n e t t u siitä, että sen tois-
tuvan yksikön kaava on



jossa kaavassa R on hiilivetyradikaali, jokainen V on vety, hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä ja Z on hydrolysoitavissa oleva ryhmä, n on kokonaisluku 1...18 ja x on kokonaisluku, joka on vähintään = 2, ja että tämä polysiloksaani sisältää siihen yhdistynyttä orgaanista titanaattia.

15. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että R on alkyleeniradikaali, jossa on 1...18 hiiliatomia.

16. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että jokainen V on alkoksiradikaali, jossa on 1...18 hiiliatomia.

17. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että Z on alkoksiradikaali, jossa on 1...18 hiiliatomia.

18. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että orgaanisena titanaattina on tetraiso-propyyliititanaatti tai tetrabutyyliititanaatti.

19. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että R on $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ja V ja Z ovat metoksi.

20. Patenttivaatimuksen 19 mukainen polysiloksaani, t u n - n e t t u siitä, että orgaanisena titanaattina on tetraiso-propyyliititanaatti tai tetrabutyyliititanaatti.

21. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n -
n e t t u siitä, että R on $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, Z on metoksi, yksi V
on metoksi ja dodekoksi.

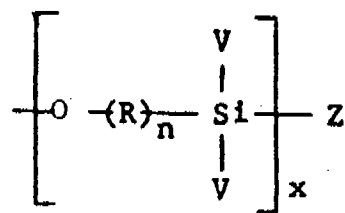
22. Patenttivaatimuksen mukainen polysiloksaani, t u n -
n e t t u siitä, että orgaanisena titanaattina on tetra-
isopropyylititanaatti tai tetrabutyyliititanaatti.

23. Patenttivaatimuksen 14 mukainen polysiloksaani, t u n -
n e t t u siitä, että R on $-\text{CH}_2-\text{CH}_2$, Z on metoksi ja V on
alkyyli ja metoksi.

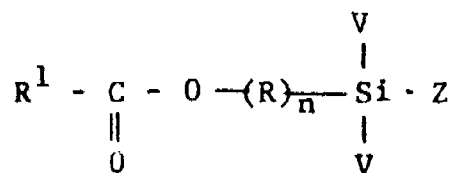
24. Patenttivaatimuksen 23 mukainen polysiloksaani, t u n -
n e t t u siitä, että orgaanisena titanaattina on tetraiso-
propyyliititanaatti tai tetrabutyyliititanaatti.

25. Patenttivaatimuksen 1 mukainen polysiloksaani, t u n -
n e t t u siitä, että x:n arvo on 5...25.

26. Polysiloksaani, jonka toistuvan yksikön kaava on

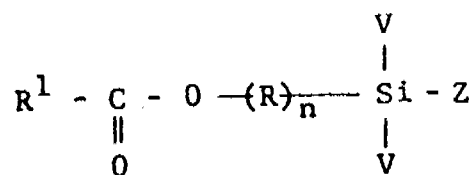


jossa kaavassa R on hiilivetyradikaali, jokainen V on vety,
hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä ja Z on
hydrolysoitavissa oleva ryhmä, n on kokonaisluku 1...18 ja x
on kokonaisluku, joka on vähintään = 2, ja että tämä poly-
siloksaani sisältää siihen yhdistynyttä orgaanista titanaat-
ti, t u n n e t t u siitä, että se on valmistettu saatta-
malla reagoimaan seos, joka sisältää orgaanista titanaattia
ja seuraavan kaavan mukaista silaania



jossa kaavassa R¹ on hiilivetyradikaali ja muut vaihtelevat tekijät tarkoittavat samaa kuin edellä on määritelty.

27. Menetelmä orgaanisella titanaatilla modifioidun polysiloksaanin valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että saatetaan reagoimaan seos, joka sisältää orgaanista titanaattia ja seuraavan kaavan mukaista silaania

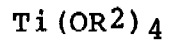


jossa kaavassa R on hiilivetyradikaali, R¹ on hiilivetyradikaali, jokainen V on vety, hiilivetyradikaali tai hydrolysoitavissa oleva ryhmä, ja Z on hydrolysoitavissa oleva ryhmä, n on kokonaisluku 1...18 ja x on kokonaisluku, joka on vähintään =2.

28. Patenttivaatimuksen 27 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaanista titanaattia on läsnä noin 0,001...noin 25 paino-%, laskettu silaanin painosta.

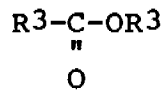
29. Patenttivaatimuksen 27 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että se suoritetaan noin 0 °C:ssa...noin 250 °C:ssa.

30. Patenttivaatimuksen 27 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaanisen titanaatin kaava on



jossa kaavassa jokainen R₂ on vety tai hiilivetyradikaali.

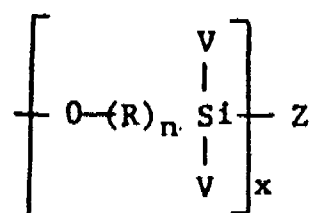
31. Patenttivaatimuksen 27 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että seos sisältää ketjun päätesuojaryhmän,
jonka kaava on



jossa jokainen R₃ on hiilivetyradikaali.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av ett med valten härdbart, med silan modifierat kopolymerat av alken och alkylakrylat, k ä n n e t e c k n a t därav, att man bringar att reagera en bladning som innehåller ett kopolymerat av en alken och ett alkylakrylat, en polysiloxan, där den repeterande enhets formel är

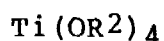


i vilken formel R är en kolväteradikal, varje V är väte, en kolväteradikal, eller en hydrolyserbar grupp, och Z är en hydrolyserbar grupp, n är ett helt tal 1...18, x är ett helt tal med ett värde om minst 2, och som innehåller ett organiskt titanat.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det utförs vid en temperatur om ca 80 °C till ca 300 °C.

3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det utförs vid en temperatur om ca 150 °C...ca 230 °C.

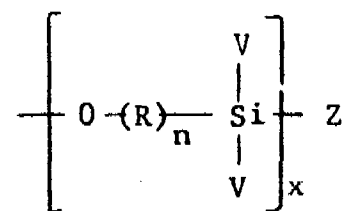
4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska titanatets formel är



i vilken formel varje R² är väte eller en kolväteradikal.

5. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att varje R^2 är en alkylradikal med 1...18
kolatomer.
6. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att kopolymeratet är ett kopolymerat av eten
och etylakrylat.
7. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att R i den repeterande silanenheten är en
alkenradikal med 1...18 kolatomer.
8. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att R i den repeterande silanenheten är
-CH₂-CH₂-.
9. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att varje V i silanens repeterande enhet är
metoxi.
10. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att det organiska titanatet är tetraisopropyl-
titanat eller tetrabutyltitanat.
11. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att det organiska titanatet föreligger i en
mängd om ca 0,1...ca 25 vikts-%, räknat på polysiloxanets
vikt.
12. Förfarande enligt patentkravet, k ä n n e t e c k n a t
därav, att polysiloxanet är närvarande i en mängd om ca
0,05...ca 10 vikts-%, räknat på kopolymeratets vikt.
13. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att polysiloxanet innehåller kombinerat orga-
niskt titanat.

14. Polysiloxan, k ä n n e t e c k n a d därav, att dess repeterande enhet har formeln



där R är en kolväteradikal, varje V är väte, en kolväteradikal eller en hydrolyserbar grupp och Z är en hydrolyserbar grupp, n är ett helt tal 1...18 och x är ett helt tal med ett värde om minst 2, och att det innehåller ett kombinerat organiskt titanat.

15. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k n a d därav, att R är en alkenradikal med 1...18 kolatomer.

16. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k n a d därav, att varje V är en alkoxiradikal med 1...18 kolatomer.

17. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k n a d därav, att Z är en alkoxiradikal med 1...18 kolatomer.

18. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k n a d därav, att det organiska titanatet är tetraisopropyltitanat eller tetrabutyltitanat.

19. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k n a d därav, att R är $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ och V och Z är metoxi.

20. Polysiloxan enligt patentkravet 19, k ä n n e t e c k n a d därav, att det organiska titanatet är tetraisopropyltitanat eller tetrabutyltitanat.

21. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att R är $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, Z är metoxi, en symbol V
är metoxi och dodekoxi.

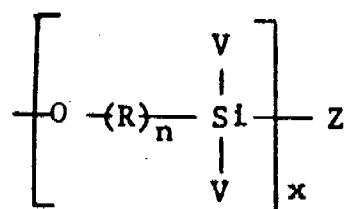
22. Polysiloxan enligt patentkravet 21, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att det organiska titanatet är tetraisopropyl-
titanat eller tetrabutyltitanat.

23. Polysiloxan enligt patentkravet 14, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att R är $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$, Z är metoxi och V är alkyl
och metoxi.

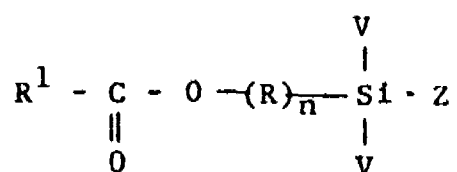
24. Polysiloxan enligt patentkravet 23, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att det organiska titanatet är tetraisopropyl-
titanat eller tetrabutyltitanat.

25. Polysiloxan enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att x har ett värde om 5...25.

26. Polysiloxan, vars repeterande enhet har formeln

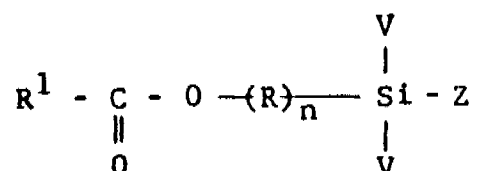


där R är en kolväteradikal, varje V är väte, en kolväteradi-
kal eller en hydrolyserbar grupp och Z är en hydrolyserbar
grupp, n är ett helt tal 1...18 och x är ett helt tal med
ett värde om minst 2, och att det innehåller ett kombinerat
organiskt titanat, k ä n n e t e c k n a d därav, att man
framställer det genom att bringa att reagera en blandning
som innehåller ett organiskt titanat och en silan med for-
meln



i vilken formel R^1 är en kolväteradikal och de andra variablerna betecknar detsamma som ovan definierats.

27. Förfarande för framställning av ett med ett organiskt titanat modifierat polysiloxan, k ä n n e t e c k n a t därav, att man bringar att reagera en blandning som innehåller ett organiskt titanat och en silan med formeln

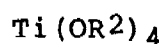


i vilken formel R är en kolväteradikal, R^1 är en kolväteradikal, varje V är väte, en kolväteradikal eller en hydrolyserbar grupp, och Z är en hydrolyserbar grupp, n är ett helt tal 1...18, och x är ett helt tal med ett värde om minst 2.

28. Förfarande enligt patentkravet 27, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska titanatet är närvarande i en mängd om ca 0,001...ca 25 vikts-%, räknat på silanets vikt.

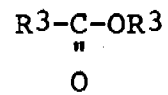
29. Förfarande enligt patentkravet 27, k ä n n e t e c k n a t därav, att det utförs vid en temperatur om ca 0 °C ...ca 250 °C.

30. Förfarande enligt patentkravet 27, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska titanatets formel är



i vilken formel varje R^2 är väte eller en kolväteradikal.

31. Förfarande enligt patentkravet 27, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att nämnda blandning innehåller en ändblocke-
ringsgrupp med formeln



i vilken formel varje R³ är en kolväteradikal.