(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 921282 A7**

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 921282

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C09J183/04
C09J183/07

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **25.03.1992**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **25.03.1992**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **27.09.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

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

26.03.1991 US 675396

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **General Electric Company,** One River Road, Schenectady, NY 12345, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Lin, Shaow Burn,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Paineherkkiä silikoniliimakoostumuksia, joiden kiintoainepitoisuus on suuri
Tryckkänsliga silikonlimkompositioner med hög halt av fast substans

Paineherkkiä silikoniliimakoostumuksia, joiden kiintoainepitoisuus on suuri

Tämä keksintö koskee silikonikoostumuksia, jotka soveltuvat paineherkkien liimakoostumusten muodostamiseen. Tarkemmin määriteltynä tämä keksintö koskee matalaviskositeettisia, additioreaktiolla kovetettavissa olevia silikonikoostumuksia, joiden kiintoainepitoisuus on suuri ja jotka kovettuvat muodostaen paineherkkiä liimakoostumuksia, joilla on erinomaiset tarttuvuus- ja kuoriutumislujuusominaisuudet.

Ilmaisu "paineherkkä liima" (PSA) viittaa tässä käytettynä liimoihin, jotka voidaan saada tarttumaan kiinni pintaan ja kuitenkin irrottaa pinnasta niin, että pintaan siirtyy korkeintaan mitättömiä määriä liimaa, ja tartuttaa uudelleen samaan tai toiseen pintaan, koska liima säilyttää osaksi tai täydellisesti tarttuvuutensa ja liimauslujuutensa.

Paineherkillä silikoniliimoilla on erinomainen liimauslujuus, tarttuvuus ja koossapysymislujuus, jotka ovat paineherkältä liimalta vaadittavia ominaisuuksia. Lisäksi niillä on myös silikoneille tunnusomaiset lämmön- ja kylmyydenkestävyys, sähköiset ominaisuudet ja vastaavat, ja niitä käytetään siten laajasti sähköneristysteipeissä, joiden on oltava hyvin luotettavia, sekä erilaisissa sellaisissa paineherkissä tuotteissa, joiden täytyy kestää kuumuutta ja kylmyyttä.

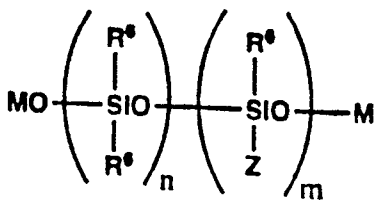
Yksi paineherkkiin silikoniliimoihin liittyvä haittapuoli on kuitenkin helposti syttyvien ja haihtuvien orgaanisten yhdisteiden, esimerkiksi orgaanisten liuottimien, käyttö, käsittely ja päästöt valmistettaessa paineherkkiä liimoja koostumuksista, joissa orgaanisen liuottimen pitoisuus on korkea. Liuotinta käytetään yleensä koostumuksen viskositeetin alentamiseksi tasolle, joka tekee kovetettavissa olevan koostumuksen käsittelykelpoiseksi.

Sen vuoksi on toivottavaa saada aikaan liuottimettomia tai suuren kiintoainepitoisuuden omaavia (so. vähän liuotinta sisältäviä) polydiorganosiloksaanikoostumuksia käytettäviksi paineherkkien liimojen valmistuksessa.

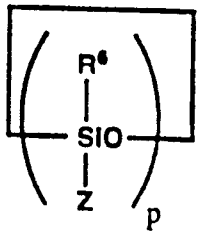
Toinen tavanomaisiin paineherkkiin liimoihin liittyvä haittapuoli on korkean lämpötilan, esimerkiksi 165 °C:n lämpötilan, tarve paineherkän liiman kovettamiseksi peroksidikatalysaattoria käyttäen. Sellaisia paineherkkiä liimoja ei voida käyttää substraateilla, jotka ovat herkkiä korkeille lämpötiloille, esimerkiksi polyolefiinitaustaisilla substraateilla, niiden lämpötilaristiriidan vuoksi.

Additioreaktiolla kovetettavissa olevia silikonikoostumuksia, jotka kykenevät kovettumaan muodostaen paineherkkiä liimakoostumuksia, tunnetaan alalla.

EP-hakemusjulkaisu 0 355 991 (Boardman) koskee paineherkkää liimakoostumusta, jonka kiintoainepitoisuus on suuri, so. tyypillisesti yli 95 paino-%, edullisesti yli 98 paino-%, ja joka sisältää (a) bentseeniliukoista hartsimaista kopolymeeria, joka koostuu $R^1R^{11}R^{111}SiO_{1/2}$-yksiköistä ja $SiO_{4/2}$-yksiköistä ja sisältää piihin sitoutuneita hydroksyyliryhmiä, joiden määrä on 1 - 4 paino-% kopolymeerista, (b) diorganoalkenyylisiloksipäätteistä polydiorganosiloksaania, (c) diorganovetysiloksipäätteistä polydiorganosiloksaania, (d) ristisidoksia muodostavaa ainetta ja (e) hydrosilaation katalysaattoria. Boardmanin nimissä olevassa hakemusjulkaisussa ristisidoksia muodostavana aineena tulevat kysynmykseen moolimassaltaan pienet ja suuret polyorganosiloksaanit, joiden yleiset kaavat ovat seuraavia:



ja



joissa kukin R^6 on monovalenttinen tyydyttynyt hiilivetyryhmä, n ja m ovat kumpikin lukuja nollasta noin 1 000:een, p on 3 tai 4, Z on vinyyliryhmä tai vety ja M on jokin silyyliryhmistä $R^aR^bR^cSi$ ja R^dR^eZSi, joissa R^a, R^b, R^c, R^d ja R^e ovat kukin monovalenttisia tyydyttyneitä hiilivetyryhmiä. Aineosissa d ja b esiintyvien alkenyyliryhmien kokonaismäärän suhde aineosissa d ja c esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien kokonaismäärään on 0,8 - 1,2, ts. piihin sitoutuneiden vetyatomien kokonaismäärän suhde alkenyyliryhmien kokonaismäärään on 0,83:1 - 1,25:1. Boardmanin esittämät esimerkit osoittavat, että niissä valmistetuilla paineherkillä liimoilla oli heikosta kohtalaiseen vaihteleva tarttuvuus. Boardmanin nimissä olevassa hakemusjulkaisussa ei mainita, että sopivia paineherkkien liimojen ominaisuuksia (erityisesti tahmeus) voidaan saada aikaan suuremmilla suhteen SiH/Si-vinyyli arvoilla kuin 1,25:1. Olisi toivottavaa saada aikaan liuottimettomia tai suuren kiintoainepitoisuuden omaavia, paineherkkiä liimoja, joilla olisi sekä suurempi tarttuvuus että suuri kuoriutumislujuus. Sitä paitsi Boardmanin nimissä oleva hakemusjulkaisu ei tuo esiin hydridiä sisältävän polydiorganosiloksaanisilloitusaineen ja hydridipäätteisen juoksevan polydiorganosiloksaanin yhdistetyn hydridiekvivalenttimassan ja lopullisten PSA-ominaisuuksien välistä yhteyttä.

US-patenttijulkaisu 3 983 298 (Hahn *et al.*) koskee koostumusta, joka soveltuu käytettäväksi paineherkkänä liimana ja joka saadaan aikaan sekoittamalla aineosat, jotka koostuvat olennaisilta osiltaan (a) 50 - 60 massaosasta kiinteätä, bentseeniliukoista kopolymeerihartsia, joka koostuu pääasiallisesti $R_3SiO_{1/2}$-yksiköistä ja $SiO_{4/2}$-yksiköistä, (b) 40 - 50 massaosasta vinyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 20 000 - 100 000 cP, (c) riittävästä määrästä vetyä sisältävää organopolysiloksaania 1,0 - 20,0 piihin sitoutuneen vetyatomin tarjoamiseksi kutakin aineosissa a ja b

yhteensä esiintyvää olefiinisesti tyydyttymätöntä ryhmää kohden, sekä (d) platinaa sisältävästä katalysaattorista. Hahn *et al.* korostavat, että tekniikan tasoa edustavat koostumukset, jotka perustuvat $R_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä sisältävän bentseeniliukoisen kopolymeerihartsin (jota kutsutaan tästä eteenpäin joskus "MQ-hartsiksi") ja matalaviskositeettisten silikonien seoksiin, eivät muodosta paineherkkiä liimakoostumuksia.

US-patenttijulkaisu 4 774 297 (Murakami *et al.*) kuvaa paineherkkien liimojen valmistusta vinyylifunktionaalisia polysiloksaaneja käyttäen, joiden viskosteetti on vielä suurempi kuin niiden, joita on käytetty edellä mainitussa Hahnin *et al.* nimissä olevassa patenttijulkaisussa. Kyseinen Murakamin *et al.* nimissä oleva patenttijulkaisu koskee koostumusta, joka soveltuu tarttuvuudeltaan ja liimauslujuudeltaan erinomaisen paineherkän liiman muodostamiseen ja joka sisältää (a) 30 - 70 massaosaa vinyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on vähintään 500 000 cP, (b) 30 - 70 massaosaa organopolysiloksaania, joka sisältää $R_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä, (c) riittävän määrän organovetysiloksaania 1 - 20 piihin sitoutuneen vetyatomin tarjoamiseksi kutakin alkenyyliryhmää kohden, (d) platinaa sisältävää katalysaattoria ja (e) 25 - 400 massaosaa orgaanista liuotinta. Murakamin *et al.* mukaan on olennaista, että vinyylipolymeerin viskositeetti 25 °C:ssa on vähintään 500 000 cP ja edullisesti vähintään 1 000 000 cP.

EP-hakemusjulkaisussa 0 269 454 (Murakami *et al.*) on esitetty koostumus, joka soveltuu tarttuvuudeltaan ja liimauslujuudeltaan erinomaisen paineherkän liiman muodostamiseen, joka sisältää alkenyyliryhmiä sisältävää silikonipolymeeria, tarttuvuutta lisäävää silikonihartsia, organovetysiloksaania ja platinaa sisältävää katalysaattoria. Kyseisen Murakamin *et al.* nimissä olevan hakemusjulkaisun mukaan alkenyyliryhmiä sisältävän silikonipolymeerin moo-

limassalle ei ole olemassa mitään tarkkaa rajoitusta, kunhan se ei vaikuta haitallisesti paineherkän liimakoostumuksen käsiteltävyyteen. Mikäli paineherkkä liimakoostumus on liuottimeton, alkenyyliryhmiä sisältävän silikonipolymeerin viskositeetti 25 °C:ssa on korkeintaan 100 000 cP. Liuotinta sisältävässä koostumuksessa alkenyyliryhmiä sisältävän silikonipolymeerin viskositeetin tulisi olla 25 °C:ssa vähintään 1 000 000 cP. Organovetypolysiloksaania tulisi olla mukana riittävästi 1 - 40 piihin sitoutuneen vetyatomin tarjoamiseksi kutakin koostumuksessa esiintyvää alkenyyliryhmää kohden. Murakamin *et al.* nimissä olevassa lähteessä ei ole esitetty paineherkkää liimakoostumusta, jossa käytetään vinyylifunktionaalisia silikoneja, joilla on alhainen viskositeetti, ja jolla on erinomainen kuoriutumislujuus ja suuri tarttuvuus.

US-patenttijulkaisussa 4 988 779 (Medford *et al.*) on esitetty paineherkän liiman muodostamiseen soveltuva koostumus, jonka liuotinpitoisuus on korkeintaan 5 - 10 paino-% ja joka sisältää 30 - 50 osaa juoksevaa vinyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on 500 - 10 000 cP, 50 - 70 osaa bentseeniliukoista kopolymeerihartsia, joka sisältää $R_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä, organopolysiloksaania, joka sisältää piihin sitoutuneita vetyatomeja, sekä platinakatalysaattoria. Vetyä sisältävää organopolysiloksaania on mukana riittävästi 1,0 - 30,0 piihin sitoutuneen vetyatomin tarjoamiseksi kutakin koostumuksessa esiintyvää olefiinisesti tyydyttymätöntä ryhmää kohden. Vaikka Medfordin *et al.* nimissä olevassa patenttijulkaisussa esitetyssä koostumuksessa käytetään matalaviskositeettista silikonia, on jatkuvasti toivottavaa saada aikaan paineherkkiä liimakoostumuksia, joissa käytetään vinyylifunktionaalisia silikoneja, joilla on vielä alhaisempi viskositeetti.

On jatkuvasti toivottavaa saada aikaan liuottimettomia tai suuren kiintoainepitoisuuden omaavia, additio-

reaktiolla kovetettavissa olevia polydiorganosiloksaanikoostumuksia, jotka kovettuvat tuottaen tulokseksi paineherkkiä liimoja, joilla on suuri tarttuvuus ja erinomainen kuoriutumislujuus. Lisäksi on toivottavaa saada aikaan liuottimettomia tai suuren kiintoainepitoisuuden omaavia, additioreaktiolla kovetettavissa olevia, paineherkkiä silikoniliimakoostumuksia, jotka voidaan kovettaa suhteellisen matalissa lämpötiloissa niin, että muodostuu paineherkkiä silikoniliimoja, joilla on suuri tarttuvuus ja erinomainen kuoriutumislujuus.

Tämän keksinnön yhteydessä todettiin, että additioreaktiolla kovetettavissa oleva silikonikoostumus, joka sisältää vinyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on alle 500 cP, voidaan kovettaa suhteellisen matalassa lämpötilassa, jolloin muodostuu paineherkkiä liimoja, joilla on sekä suuri tarttuvuus että suuri kuoriutumislujuus, jos käytetään määrätyn tyyppistä ulkopuolista hydridisilloitusainetta ja juoksevan hydridisilikonin määrä additioreaktiolla kovetettavissa olevassa koostumuksessa on tietyissä rajoissa ja jos piihin sitoutuneiden vetyatomien suhde piihin sitoutuneisiin alkenyyliryhmiin on tämän keksinnön mukaisissa rajoissa. Aivan odottamatta sellaisia koostumuksia, joiden keskimääräinen hydridiekvivalenttimassa (HEW) kriittisellä tasolla, voidaan saada aikaan suhteellisen matalaviskositeettisina oikein valituista hydridipäätteisestä juoksevasta aineesta ja juoksevasta hydridisilloitusaineesta, joilla on sopiva rakenne.

Tämä keksintö koskee organopolysiloksaania, joka on kovetettavissa niin, että saadaan aikaan paineherkkä liima, jolla on suuri tarttuvuus ja kuoriutumislujuus, joka sisältää

(A) noin 50 - 75 massaosaa tolueeniliukoista hartsimaista kopolymeeria, joka koostuu $R_3SiO_{1/2}$-yksiköistä ja $SiO_{4/2}$-yksiköistä, jossa ensin mainitussa kaavassa kukin R

on alkyyli- tai alkenyyliryhmä, joka hartsimainen kopolymeeri sisältää noin 0,2 - 5,0 paino-% (kopolymeerin kokonaismassasta laskettuna) hydroksyyliryhmiä ja jossa vähintään 95 % kaikista R-ryhmistä on alkyyliryhmiä, alkenyyliryhmien kokonaismäärä on 0 - 0,5 % kaikista R-ryhmistä ja $R_3SiO_{1/2}$-yksiköiden ja $SiO_{4/2}$-yksiköiden moolisuhde on noin 0,6 - 0,9 mainitut arvot mukaan luettuina;

(B) alkenyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 10 - 500 cP ja jonka yleinen kaava on

(I) $$R^2R^1_2SiO(R^3_2SiO)_mSiR^1_2R^2,$$

jossa kukin R^1 on itsenäisesti noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, kumpikin R^2 on noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkenyyliryhmä, kukin R^3 on itsenäisesti ryhmä R^1 tai R^2 sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 % kaikista R^3-ryhmistä on ryhmiä R^1, ja m on suunnilleen alueella 1 - 300 oleva luku;

(C) noin 0 - 90 mol-% aineosien A ja B seoksen kanssa yhteen sopivaa hydridipäätteistä organovetypolysiloksaania (joka aineosan C mooliprosenttiosuus perustuu aineosien C ja D sisältämän, piihin sitoutuneen vedyn kokonaismäärään), jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 10 - 1 000 cP ja jonka yleinen kaava on

(II) $$R^4_2HSiO(R^5_2SiO)_aSiHR^4_2,$$

jossa kukin R^4 on itsenäisesti 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä ja kukin R^5 on vety tai ryhmä R^4 sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 % kaikista R^5-ryhmistä on ryhmiä R^4, a on suunnilleen alueella 1 - 500 oleva luku ja kutakin aineosan C molekyyliä kohden on olemassa vähintään kaksi piihin sitoutunutta vetyatomia eikä

yhteenkään piiatomiin ole sitoutunut useampia kuin yksi vetyatomi;

(D) sellaisen määrän polydiorganosiloksaania, joka sisältää vetyä ja nimenomaan enemmän kuin 2 piihin sitoutunutta vetyatomia ketjua kohden, että aineosan D sisältämän piihin sitoutuneen vedyn määrä on noin 10 - 100 mol-% aineosien C ja D yhteensä sisältämästä piihin sitoutuneen vedyn määrästä, jona aineosana D tulevat kysymykseen pääasiassa

(1) juoksevat, lineaariset, vetyä sisältävät polydiorganosiloksaanit, joiden viskositeetti 25 °C:ssa on noin 5 - 12 000 cP, hydridiekvivalenttimassa on noin 60 - 10 000 ja yleinen kaava on

$$(R^6)_3SiO[R^6)_2SiO]_x[HR^6SiO]_ySi(R^6)_3,$$

jossa R^6 on 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, x on suunnilleen alueella 0 - 800 oleva luku ja y on suunnilleen alueella 3 - 100 oleva luku, ja

(2) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, joina tulevat kysymykseen pääasiassa
(a) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 60 - 100 paino-% $SiO_{4/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:SiO_{4/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 40 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä, ja

(b) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 30 - 100 paino-% $R^7SiO_{3/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:R^7SiO_{3/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 70 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä,

joissa kaavoissa R^7 on 1 - 6 hiiliatomia sisältävä monovalenttinen hiilivetyryhmä ja vähintään 95 % kaikista R^7-ryhmistä on alkyyliryhmiä, ja joiden hartsimaisten siloksaanikopolymeerien hydridisisältö on noin 0,05 - 1,2 paino-% ja hydridiekvivalenttimassa noin 80 - 2000; aineosien B, C ja D yhteismäärän ollessa noin 25 - 50 massaosaa, aineosien A, B, C ja D yhteismäärän ollessa 100 massaosaa, aineosissa C ja D esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien ja aineosissa A ja B yhteensä esiintyvien, piihin sitoutuneiden, olefiinisesti tyydyttämättömien ryhmien moolisuhteen ollessa noin 1,1:1 - 15,0:1 sekä aineosien C ja D keskimääräisen hydridiekvivalenttimassan ollessa vähintään 1 500 g/piihin sitoutunut vetyatomi aineosissa C ja D esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien yhteismäärään perustuen;

(E) katalyyttisen määrän hydrosilaation katalysaattoria; ja

(F) noin 0 - 40 paino-% orgaanista liuotinta.

Tämän keksinnön mukainen koostumus kovettuu muodostaen paineherkän liiman, jonka tarttuvuus on suurempi kuin kuin 200 g/cm^2, edullisesti suurempi kuin 400 g/cm^2, ja kuoriutumislujuus on suurempi kuin 280 g/cm, edullisesti suurempi kuin 330 g/cm. Sitä paitsi, vaikka koostumus voi sisältää liuotinta, se ei vaadi liuottimen mukanaoloa käsiteltävyyden paranmiseksi kovettamattomassa tilassa. Tämän keksinnön merkittävin etu on se, että kyetään saaman aikaan paineherkkä liima, jolla on edellä mainitut korkeat tarttuvuus- ja kuoriutumislujuusarvot, kovettamalla kovetettavissa olevaa koostumusta suhteellisen matalassa lämpötilassa alle 5 minuuttia.

Termiä "hydridiekvivalenttimassa" eli "HEW" käytetään tässä arvosta, joka saadaan jakamalla kysymyksessä olevan yhdisteen moolimassa ketjuun sisältyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien lukumäärällä. Esimerkiksi yhdisteellä, jonka kaava on

$(CH_3)_2HSiO[(CH_3)_2SiO]_{128,4}SiH(CH_3)_2$

ja moolimassa 9662 g/mooli ja joka sisältää ketjussaan 2 piihin sitoutunutta vetyatomia, hydridiekvivalenttimassa on 4831 g/piihin sitoutunut vetyatomia, so. 9662/2. Silikonien tapauksessa hydridiekvivalenttimassa on kahden piihin sitoutuneen reaktiivisen vetyatomin välisen silikoniketjun pituuden mitta.

"Keskimääräinen yhdistetty hydridiekvivalenttimassa" (josta käytetään merkintää {HEW}) lasketaan, kun kyseistä termiä käytetään aineosien C ja D ekvivalenttimassojen yhteydessä, seuraavalla tavlla:

{HEW} = (C:n mooliosuus x C:n HEW) +
(D:n mooliosuus x D:n HEW)

Termi "mooliosuus" tarkoittaa esimerkiksi aineosan C yhteydessä C:n moolimäärää 100 moolia kohden aineosia C ja D yhteensä ja lasketaan jakamalla C:n moolimäärä 100 moolia kohden aineosia C ja D yhteensä sadalla; jos esimerkiksi aineosaa C on mukana 80 moolia ja aineosaa D 20 moolia, C:n mooliosuus on 0,80 ja D:n mooliosuus on 0,20.

Tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa käytettävien aineosien D (ristisidoksia muodostavan aine) ja C (juoksevan hydridi) keskimääräinen yhdistetty hydridiekvivalenttimassa tai aineosan C:n puuttuessa pelkän D:n hydridiekvivalenttimassa on (jäljempänä esitetyistä syistä) ratkaisevan tärkeä suuren kuoriutumislujuuden ja suuren tarttuvuuden saavuttamiseksi suhteellisen matalassa lämpötilassa kovettamisen jälkeen. Lisäksi, kuten jäljempänä myös kerrotaan, aineosissa C ja D esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien suhde aineosissa A ja B esiintyviin, olefiinisesti tyydyttämättömiin ryhmiin on ratkaisevan tärkeä erinomaisten paineherkän liiman ominaisuuksien

saavuttamiseksi matalassa lämpötilassa tehtävässä kovetuksessa.

Tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosa A on tolueeniliukoinen hartsimainen organopolysiloksaanikopolymeeri, joka saa aikaan koostumuksesta valmistetun, kovetetun, paineherkän liiman tarttuvuuden. Hartsimainen kopolymeeri A sisältää $R_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä, jossa ensin mainitussa kaavassa kukin R on 1 - 6 hiiliatomia sisältävä monovalenttinen hiilivetyryhmä. Esimerkkejä R:n edustamista ryhmistä ovat alkyyliryhmät, kuten metyyli, etyyli ja isopropyyli, sykloalifaattiset ryhmät, kuten syklopentyyli ja sykloheksenyyli, olefiiniset ryhmät kuten vinyyli ja allyyli, sekä fenyyliryhmä. Vähintään 99,5 % kaikista R-ryhmistä on alkyyliryhmiä, edullisesti metyyliryhmiä. $R_3SiO_{1/2}$-yksiköiden ja $SiO_{4/2}$-yksiköiden moolisuhde on noin 0,6 - 0,9 mainitut arvot mukaan luettuina. Hartsimainen kopolymeeri sisältää noin 0,2 - 5,0 paino-%, edullisesti noin 1,0 - 3,0 paino-%, hydroksyyliryhmiä kopolymeerin kokonaismassasta laskettuna. Hydroksyyliryhmät ovat sitoutuneet suoraan $SiO_{4/2}$-yksiköiden tai $R_3SiO_{1/2}$-yksiköiden piiatomiin.

Alalla tunnetaan menetelmiä hartsimaisen kopolymeerin A valmistamiseksi. Tutustukaa esimerkiksi US-patenttijulkaisuun 2 676 182 (Daudt *et al.*), joka mainitaa täten lähdeviitteenä tässä suhteessa. Daudtin *et al.* menetelmässä piihappohydrosoolin annetaan reagoida happamissa olosuhteissa triorganosiloksiyksiköiden lähteen kanssa, kuten heksaorganodisiloksaanin, esimerkiksi heksametyylidisiloksaanin, tai hydrolysoitavissa olevan triorganosilaanin, esimerkiksi trimetyylikloorisilaanin, tai niiden seoksen kanssa, ja bentseeniliukoinen kopolymeerihartsi, joka sisältää M- ja Q-yksiköitä, eristetään.

Aineosaa A on mukana tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa noin 50 - 75 massaosaa, edullisesti noin 50 - 70 massaosaa ja edullisimmin noin 55 - 62 massaosaa.

Hartsimainen kopolymeeri A on kiinteä hartsimainen aine ja useimmiten saatavissa liuoksena, jossa liuottimena on ksyleeni tai tolueeni, yleensä liuoksena, jonka väkevyys on 40 - 60 paino-%. Tämän keksinnön mukaisen koostumuksen käsittelyn helpottamiseksi yksi osa hartsimaisen kopolymeerin liuosta liuotetaan tavallisesti osaan tai koko määrään vinyylipäätteistä polysiloksaania B ja toinen osa hartsimaisen kopolymeerin liuosta liuotetaan tavallisesti osaan tai koko määrään hydridiä sisältäviä polysiloksaaneja C ja D ja kummastakin tuloksena olevasta liuoksesta haihdutetaan liuotin pois, jolloin saadaan liuokset, jotka sisältävät hartsimaista kopolymeeria A vinyylipäätteisessä polysiloksaanissa B ja vastaavasti hydridiä sisältävissä polysiloksaaneissa C ja D. Aineosien A ja B muodostama liuos sisältää tyypillisesti noin 50 - 75 massaosaa, edullisesti noin 50 - 70 massaosaa ja edullisimmin noin 55 - 62 massaosaa A:ta ja noin 25 - 50 massaosaa, edullisesti noin 30 - 50 massaosaa ja edullisimmin noin 38 - 45 massaosaa B:tä. Aineosien A, C ja D muodostama liuos sisältää tyypillisesti noin 50 - 75 massaosaa, edullisesti noin 50 - 70 massaosaa ja edullisimmin noin 55 - 62 massaosaa A:ta ja noin 25 - 50 massaosaa, edullisesti noin 30 - 50 massaosaa ja edullisimmin noin 38 - 45 massaosaa C:tä ja D:tä.

Tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosa B on alkenyylipäätteinen polydiorganosiloksaani, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 10 - 500 cP ja jonka yleinen kaava on

(I) $R^2R^1_2SiO(R^3_2SiO)_mSiR^1_2R^2$,

jossa kukin R^1 on itsenäisesti noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, kumpikin R^2 on noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkenyyliryhmä, kukin R^3 on itsenäisesti ryhmä R^1 tai R^2 sillä edellytyksellä, että

vähintään 99,5 % kaikista R^3-ryhmistä on ryhmiä R^1, ja m on suunnilleen alueella 1 - 300 oleva luku.

R^1 on kaavassa I alkyyliryhmä, kuten metyyli, etyyli tai propyyli, tai aryyliryhmä, kuten fenyyli. Edullisesti vähintään 95 %, edullisimmin 100 %, kaikista R^1-ryhmistä on alkyyliryhmiä, jotka sisältävät noin 1 - 10 hiiliatomia, ja edullisimmin metyyliryhmiä. R^2 on alkenyyliryhmä, kuten vinyyli, allyyli, propenyyli tai heksenyyli. Edullisesti R^2 on vinyyli. Kukin R^3 on joko R^1 tai R^2 sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 %, edullisesti 100 %, kaikista R^3-ryhmistä on ryhmiä R^1. R^1 tavoin R^3:kin on edullisesti alkyyliryhmä, joka sisältää 1 - 10 hiiliatomia, ja edullisimmin metyyli. Kaavan I mukaisen polymeeriketjun sisällä sijaiseviin piiatomeihin sitoutuneet alkenyyliryhmät edustavat epäpuhtauksia, joita ei edullisesti esiinny lainkaan tai esiintyy vain vähäisiä määriä. m tarkoittaa kaavassa I lukua, joka on noin 1 - 300, edullisesti noin 20 - 250 ja edullisimmin noin 60 - 200.

Alkenyylipäätteiden polydiorganosiloksaanin B viskositeetti on 25 °C:ssa noin 10 - 500 cP, edullisesti noin 20 - 400 cP ja edullisimmin noin 100 - 300 cP.

Alkenyylipäätteisiä polydiorganosiloksaaneja B voidaan valmistaa millä tahansa niistä menetelmistä, joita käytetään tavanomaisesti triorganosiloksaanipäätteisten polydiorganosiloksaanien valmistamiseen. Esimerkiksi asianmukaiset hydrolysoitavissa olevat silaanit, esimerkiksi vinyylidimetyylikloorisilaani ja dimetyylidikloorisilaani, voidaan hydrolysoida yhdessä ja kondensoida sopivassa suhteessa tai vaihtoehtoisesti asianmukaisen 1,3-divinyylitetraorganosiloksaanin, esimerkiksi symmetrisen divinyylidimetyylidifenyylisiloksaanin tai divinyylitetrametyylisiloksaanin, joka muodostaa polydiorganosiloksaanin pääteryhmät, voidaan antaa reagoida asianmukaisen diorganopolysiloksaanin, esimerkiksi dimetyylisyklotetrasiloksaanin, kanssa happaman tai emäksisen katalysaattorin ol-

lessa läsnä, kunnes saavutetaan tasapainotila. Polydiorganosiloksaanin B valmistuksessa käytettävästä menetelmästä riippumatta samalla syntyy tavallisesti vaihteleva määrä haihtuvia syklisiä polydiorganosiloksaaneja. Haihtuvat sykliset polydiorganosiloksaanit, esimerkiksi metyylitetrameeri, tulisi poistaa, koska ne ovat haihtuvia ja vaikuttavat haitallisesti paineherkän liiman ominaisuuksiin.

Käytettävä määrä polydiorganosiloksaania B, sen kaava (joka on esitetty edellä kaavana I) ja sen viskositeetti koskevat tämän keksinnön yhteydessä sitä polydiorganosiloksaaniosuutta, joka on suurin piirtein vapaa syklisistä aineosista. Tämä syklisistä aineosista suurin piirtein vapaa osuus voidaan määrittää kuumentamalla polydiorganosiloksaaninäytettä 150 °C:ssa korkeintaan 1 tunti, jolloin muodostuu jäännös. Tämä jäännös on suurin piirtein vapaata syklisestä materiaalista lukuun ottamatta mitättömiä määriä makrosyklisiä polydiorganosiloksaaneja, jotka eivät ole haihtuvia 150 °C:ssa ilmakehän paineessa. Monia näistä polydiorganosiloksaaneista B on saatavissa kaupallisesti. Lisäksi aineosa B voi koostua homopolymeereista tai kopolymeereista tai niiden monista seoksista, kun ne ovat alkenyylipäätteisiä polysiloksaaneja, jotka vastaavat kaavaa I.

Aineosa C on vetypäätteinen polydiorganosiloksaani, joka soveltuu yhteen aineosien A, B ja C seoksen kanssa ja jonka yleinen kaava on

(II) $$R^4_2HSiO(R^5_2SiO)_aSiHR^4_2,$$

jossa kukin R^4 on itsenäisesti 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä ja kukin R^5 on joko ryhmä R^4 tai vety sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 %, edullisesti 100 %, kaikista R^5-ryhmistä on ryhmiä R^4. Edullisesti R^4:t ja R^5:t ovat kukin alkyyliryhmiä, jotka sisältävät 1 - 10 hiiliatomia, ja edullisimmin metyyliryhmiä.

Aineosan C kutakin molekyyliä kohden on olemassa kaksi piihin sitoutunutta vetyatomia, eikä yhteenkään piiatomiin ole sitoutunut useampia kuin yksi vetyatomi. a on suunnilleen alueella 1 - 500 oleva luku, edullisesti noin 20 - 400 ja edullisimmin noin 60 - 250. Vastaava aineosan C hydridiekvivalenttimassa on noin 100 - 18 500 g, edullisesti noin 800 - 15 000 g ja edullisimmin noin 2 200 - 9 300 g piihin sitoutunutta vetyatomia kohden.

Aineosaa C on mukana tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa määrä, joka riittää tarjoamaan sellaisen määrän piihin sitoutuneita vetyatomeja, joka on noin 0 - 90 mol-%, edullisesti noin 20 - 80 mol-% ja edullisimmin noin 50 - 80 mol-% aineosien C ja D yhteensä sisältämästä piihin sitoutuneiden vetyatomien määrästä. Tämän keksinnön piiriin kuuluu se, että aineosaa C ei ole mukana lainkaan. Tämän keksinnön kannalta ratkaisevaa on ainoastaan se, että silikonihydridikomponentin hydridiekvivalenttimassa, muodostavat sen sitten aineosat C ja D tai pelkkä D, on vähintään 1500 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

Aineosan C viskositeetti on 25 °C:ssa noin 10 - 1 000 cP, edullisesti noin 20 - 750 cP, edullisimmin noin 100 - 400 cP. Kutakin C:n molekyyliä kohden on olemassa noin kaksi piihin sitoutunutta vetyatomia eikä yhteenkään C:ssä esiintyvään piiatomiin ole sitoutunut useampia kuin yksi vetyatomi.

Ilmaisulla "yhteen sopiva" tarkoitetaan sitä, että tarvittava määrä organovetypolysiloksaania C liukenee ainakin osaksi aineosien A, B ja C seokseen ja on tasaisesti dispergoituneessa tilassa tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa ottaessaan osaa kovettumisreaktioon, kunnes kovettuminen on tapahtunut.

Organovetypolysiloksaanit sekä niiden valmistus ovat hyvin tunnettuja organopiipolymeerien alalla; joitakin niistä on saatavissa kaupallisesti. Lyhyesti sanottuna organovetysiloksaaneja voidaan valmistaa millä tahansa

sopivalla tavalla, kuten hydrolysoimalla silaaneja, esimerkiksi kloorisilaaneja, ja saattamalla tuloksena oleva hydrolysaatti tasapainotilaan happokatalyysiolosuhteissa. Vaihtoehtoisesti sopivien siloksaanien, kuten syklisten siloksaanien ja lineaaristen siloksaanien, seos voidaan kopolymeroida ja saattaa tasapainotilaan happokatalyysiolosuhteissa. Esimerkiksi juokseva hydridipäätteinen silikoni, joka soveltuu käytettäväksi tässä keksinnössä, voidaan valmistaa antamalla tetrametyylidisiloksaanin reagoida syklisen metyylitetrameerin kanssa ennalta määrätyssä suhteessa 80 - 100 °C:ssa ja Filtrol-20:n ollessa läsnä katalysaattorina 4 - 6 tunnin ajan. Filtrol-20-katalysaattori poistetaan sitten suodattamalla ja jäljellä olevat lähtöaineet poistetaan alipaineessa haihduttamalla.

Aineosa D on polyorganosiloksaani, joka sisältää vetyä ja nimenomaan enemmän kuin 2 piihin sitoutunutta vetyatomia ketjua kohden ja jona tulevat kysymykseen pääasiassa

(1) juoksevat, lineaariset, vetyä sisältävät polydiorganosiloksaanit, joiden viskositeetti 25 °C:ssa on noin 5 - 12 000 cP, edullisesti noin 5 - 5 000 cP ja edullisimmin noin 5 - 2 500 cP, hydridiekvivalenttimassa on noin 60 - 10 000, edullisesti noin 80 - 2 000 ja edullisimmin noin 80 - 200 g/piihin sitoutunut vetyatomi ja yleinen kaava on

$$(R^6)_3SiO[R^6)_2SiO]_x[HR^6SiO]_ySi(R^6)_3,$$

jossa R^6 on 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, x on suunnilleen alueella 0 - 800 oleva luku, edullisesti noin 20 - 400 ja edullisimmin noin 20 - 200 ja y on suunnilleen alueella 3 - 100 oleva luku, edullisesti noin 3 - 30 ja edullisimmin noin 3 - 20; ja

(2) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, joina tulevat kysymykseen pääasiassa

(a) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 60 - 100 paino-% $SiO_{4/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:SiO_{4/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 40 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä, ja

(b) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 30 - 100 paino-% $R^7SiO_{3/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:R^7SiO_{3/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 70 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä, joissa kaavoissa R^7 on 1 - 6 hiiliatomia sisältävä monovalenttinen hiilivetyryhmä ja vähintään 95 % kaikista R^7-ryhmistä on alkyyliryhmiä. Esimerkkejä R^7:n edustamista ryhmistä ovat alkyyliryhmät, kuten metyyli, etyyli ja isopropyyli, sykloalifaattiset ryhmät, kuten syklopentyyli ja sykloheksenyyli, olefiiniset ryhmät, kuten vinyyli ja allyyli, sekä fenyyliryhmä. Vähintään 95 % kaikista R^7-ryhmistä on alkyyliryhmiä, edullisesti metyyliryhmiä. $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköiden ja $SiO_{4/2}$-yksiköiden moolisuhde on noin 0,6:1 - 2:1.

Polydiorganosiloksaanin D1 viskositeetti on 25 °C:ssa noin 5 - 12 000 cP, edullisesti noin 5 - 5 000 cP ja edullisimmin noin 5 - 2 500 cP ja hydridiekvivalenttimassa noin 60 - 10 000 g, edullisesti noin 80 - 2 000 g, piihin sitoutunutta vetyatomia kohden.

Hartsimaisen siloksaanikopolymeerin D2 hydridisisältö on noin 0,05 - 1,2 paino-% ja hydridiekvivalenttimassa noin 80 - 2 000 g, edullisesti noin 80 - 200 g, piihin sitoutunutta vetyatomia kohden.

Aineosien B, C ja D yhteismäärä on noin 25 - 50 massaosaa, edullisesti noin 30 - 50 massaosaa ja edullisimmin noin 38 - 45 massaosaa. Aineosien A, B, C ja D yhteismäärä on 100 massaosaa.

Aineosissa C ja D esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien (so. SiH-ryhmien) ja aineosissa A ja B yhteensä esiintyvien, piihin sitoutuneiden, olefiinisesti tyydyttämättömien ryhmien (so. Si-vinyyliryhmien) moolisuhde on noin 1,1:1 - 15,0:1, edullisesti noin 1,3:1 - 4,0:1 ja edullisimmin 1,3:1 - 3,0:1. Aineosien C ja D määrä, joka on riittävä näiden suhdevaatimusten täyttämiseksi, määritetään mittaamalla tyypiltään halutunlaisten aineosien A ja B sekä niiden haluttujen määrien alkenyyli- tai vinyyliryhmäsisältö, joka määritys tehdään tyypillisesti piihin 29-NMR:n avulla. Voidaan käyttää täsmällistä määrää aineosia C ja D SiH-ryhmien ja Si-vinyyliryhmien määrätyn suhteen saavuttamiseksi.

Aineosien C ja D keskimääräinen yhdistetty hydridiekvivalenttimassa on vähintään 1 500 g, edullisesti noin 1 500 - 20 000 g ja edullisimmin noin 1 500 - 5 000 g piihin sitoutunutta vetyatomia kohden aineosien C ja D määrään ja hydridiekvivalenttimassaan perustuen. Aineosien C ja D keskimääräinen yhdistetty hydridiekvivalenttimassa on tämän keksinnön kannalta ratkaiseva. Keskimääräisen yhdistetyn hydridiekvivalenttimassan ollessa alle 1 500 g/piihin sitoutunut vetyatomi tulokseksi saatavan paineherkän liiman kuoriutumis- ja tarttuvuusominaisuudet ovat myös heikot.

Vetyä sisältävää polydiorganosiloksaania D on mukana koostumuksessa sellainen määrä, että aineosan D sisältämän piihin sitoutuneen vedyn määrä on noin 10 - 100 mol-%, edullisesti noin 20 - 80 mol-%, aineosien C ja D yhteensä sisältämästä piihin sitoutuneen vedyn määrästä.

Tämän keksinnön mukaisissa koostumuksissa aineosan D määrä voi olla 100 mol-%, ts. aineosaa C ei ole mukana, jolloin aineosa D muodostaa yksinään 100 % tarvittavasta hydridiekvivalenssimassan arvosta.

Aineosa C toimii tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa ketjunpidennysaineena, ts. se saa aikaan koostu-

muksen polymeeriketjun kasvamisen lineaarisesti. Aineosa D toimii ristisidosten muodostajana. Ilman aineosaa D polymeeriketjuun ei muodostu ristisidoksia. Ristisidosten muodostuminen on välttämätöntä lopullisen paineherkän liiman ominaisuuksien kannalta.

Käytännön syistä on kuitenkin edullista, että koostumus sisältää myös aineosaa C. Syynä siihen on se, että kriittinen HEW-arvo on helpompi saavuttaa kyseisten kahden hydridiä sisältävän silikoniaineosan HEW:n tasapainolla kuin yrittämällä valmistaa hydridiä sisältävä aineosa, jolla on tavoitteena oleva HEW.

Juokseva, lineaarinen, vetyä sisältävä polydiorganosiloksaanisilloitusaine D1 voidaan valmistaa tavanomaisin menetelmin, jotka ovat vastaavia kuin menetelmät alkenyylipäätteisen polydiorganosiloksaanin B ja vetypäätteisen organopolysiloksaanin C valmistamiseksi. Esimerkiksi organovetysilaanien tai organoalkenyylisilaanien tai molempien ja mahdollisesti diorganosilaanien seos, jotka silaanit sisältävät kukin kaksi hydrolysoitavissa olevaa ryhmää, voidaan hydrolysoida yhdessä pääteryhmän muodostavien silaanien kanssa, jotka sisältävät vain yhden hydrolysoitavissa olevan ryhmän ja joita ovat diorganovetysilaanit ja diorganoalkenyylisilaanit.

Esimerkkejä kaksi hydrolysoituvaa ryhmää sisältävistä organosilaaneista, jotka soveltuvat ristisidoksia muodostavaksi aineeksi D1, ovat metyylidikloorisilaani, fenyylidikloorisilaani, metyylivinyylidikloorisilaani ja dimetyylidikloorisilaani. Esimerkkejä vain yhden hydrolysoituvan ryhmän sisältävistä organosilaaneista, jotka soveltuvat ristisidoksia muodostavaksi aineeksi D1, ovat dimetyylikloorisilaani, difenyylikloorisilaani, dimetyylivinyylikloorisilaani ja trimetyylikloorisilaani. Muitakin yhden tai kaksi hydrolysoituvaa ryhmää sisältäviä organosilaaneja samoin kuin organosilaaneja, jotka sisältävät muita hydrolysoitavissa olevia ryhmiä kuin klooria, kuten

esimerkiksi bromi-, asetoksi- ja alkoksisilaaneja, voidaan käyttää.

Hartsimaisia siloksaaneja D2a kutsutaan tässä joskus "M^HQ"-tyyppiä oleviksi hartseiksi, jossa M^H tarkoittaa $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä ja Q tarkoittaa $SiO_{4/2}$-yksiköitä. Hartsimaisia siloksaaneja D2b kutsutaan tässä joskus "M^HT"-tyyppiä oleviksi hartseiksi, jossa M^H tarkoittaa $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä ja T tarkoittaa $R^7SiO_{3/2}$-yksiköitä.

Tyyppiä M^HQ olevia, vetyä sisältäviä, hartsimaisia siloksaanikopolymeereja D2a voidaan valmistaa hydrolysoimalla dimetyylivetykloorisilaanin ja kondensoidun etyylisilikaatin sopiva seos vedella tavanomaisen hartsin lievän happohydrolyysin keinoin ja olosuhteissa. Hydrolyysiä säädellään ajan ja reaktiolämpötilan avulla. Tulokseksi saatava hydrolysaatti kerätään talteen ja pestään jäljellä olevan happamuuden poistamiseksi, ja sitä refluksoidaan sitten tolueeniin sekoitettuna silanolien kondensoimiseksi. Loppuhaihdutusvaiheessa poistetaan sitten moolimassaltaan pienet siloksaanit ja liuottimet lämpötilassa, joka voi olla jopa 180 °C. Lopullinen nestemäinen kopolymeerihartsi karakterisoidaan ^{29}Si-NMR:n avulla.

Tyyppiä M^HT olevia, vetyä sisältäviä, hartsimaisia siloksaanikopolymeereja D2b voidaan valmistaa hydrolysoimalla dimetyylivetykloorisilaanin ja metyylitrikloorisilaanin etyylisilikaatin sopiva seos vedella tavanomaisen hartsin lievän happohydrolyysin keinoin ja olosuhteissa. Hydrolyysiä säädellään ajan ja reaktiolämpötilan avulla. Tulokseksi saatava hydrolysaatti kerätään talteen ja pestään jäljellä olevan happamuuden poistamiseksi, ja sitä refluksoidaan sitten tolueeniin sekoitettuna silanolien kondensoimiseksi. Loppuhaihdutusvaiheessa poistetaan sitten moolimassaltaan pienet siloksaanit ja liuottimet lämpötilassa, joka voi olla jopa 150 °C. Lopullinen nestemäinen kopolymeerihartsi karakterisoidaan ^{29}Si-NMR:n avulla.

Tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosa E on katalysaattori, joka edistää hydrosilaatioreaktiota. Hyd-

rosilaatiokovetusreaktion edistämiseen soveltuvia katalysaattoreita ovat jalometallikatalysaattorit, kuten katalysaattorit, joissa käytetään ruteniumia, rodiumia, palladiumia, osmiumia, iridiumia tai platinaa tai näiden metallien komplekseja. Esimerkkejä hydrosilaatiokatalysaattoreista, jotka soveltuvat käytettäviksi tässä keksinnössä, on esitetty esimerkiksi US-patenttijulkaisuissa 3 159 601 ja 3 159 662 (Ashby), 3 220 970 (Lamoreaux), 3 814 730 (Karstedt), 3 516 946 (Modic) ja 4 029 629 (Jeram), jotka kaikki patenttijulkaisut mainitaan täten lähdeviitteinä tässä suhteessa.

Tässä keksinnössä käytettävä hydrosilaation katalysaattori on edullisesti platinaa sisältävä katalysaattori. Sopivia platinaa sisältäviä hydrosilaatiokatalysaattoreita ovat kaikki platinan tunnetut muodot, jotka katalysoivat tehokkaasti piihin sitoutuneiden vetyatomien reaktiota piihin sitoutuneiden vinyyliryhmien kanssa, kuten hienojakoinen metallinen platina, hienojakoisella kantoaineella, kuten alumiinioksidilla, oleva platina, platinan yhdisteet, kuten klooriplatina(IV)happo, ja platinayhdisteiden kompleksit.

Muita platinaa sisältäviä hydrosilaatiokatalysaattoreita, jotka soveltuvat käytettäviksi tässä keksinnössä, ovat platina-hiilivetykompleksit, joita kuvataan US-patenttijulkaisuissa 3 159 601 ja 3 159 662 (Ashby), platina-alkoholaattikatalysaattorit, joita kuvataan US-patenttijulkaisussa 3 220 970 (Lamoreaux), sekä US-patenttijulkaisun 3 814 730 (Karstedt) mukaiset platinakatalysaattorit. Lisäksi käyttökelpoisia ovat tässä yhteydessä myös platinakloridi-olefiinikompleksit, joita kuvataan US-patenttijulkaisussa 3 516 946 (Modic). Kaikki edellä mainitut katalysaattorit ovat kuumentamalla aktivoitavia. Voidaan käyttää myös valolla aktivoitavia platinakatalysaattoreita, kuten US-patenttijulkaisun 4 510 094 (Drahnak) mukaisia katalysaattoreita. Kaikki tässä kappaleessa mai-

nitut US-patenttijulkaisut sisällytetään lähdeviitteiksi tähän selitykseen.

Edullisia ovat katalysaattorit, jotka ovat aineosien A, B ja C seokseen liukenevia, erityisesti läpinäkyvyyttä toivottaessa.

Platinaa sisältävää katalysaattoria E on mukana tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa riittävästi, jotta läsnä olevan platinan määrä on vähintään 0,1 massaosaa miljoonaa massaosaa kohden aineosia A, B, C ja D yhteensä. Sellaiset pienet katalysaattorimäärät myrkyttyvät usein koostumuksessa esiintyvien mitättömien epäpuhtausmäärien vaikutuksesta, joten platinakatalysaattoria on edullista käyttää määrinä, jotka vastaavat vähintään 1,0 - ppm:n platinamäärää. Platinaa sisältävän katalysaattorin määrä ei ole ratkaiseva, mitä ylärajaan tulee, mutta sen hinta viittaisi siihen, että liian suuria määriä pitää välttää. Määrät aina 200 ppm:ään asti platinaa eivät ole epätavallisia, mutta edullisesti käytettävä määrä on 1 - 35 massaosaa platinaa kutakin miljoonaa massaosaa kohden aineosia A, B, C ja D yhteensä.

Tämän keksinnön mukaiset koostumukset sisältävät noin 0 - 40 paino-%, edullisesti noin 0 - 20 paino-% ja edullisimmin noin 0 paino-% orgaanista liuotinta F. Sopivia orgaanisia liuottimia ovat kaikki liuottimet, joita tavanomaisesti organosiloksaanien kanssa on käytetty ja joiden kiehumispiste on alempi kuin noin 250 °C, kuten aromaattiset hiilivedyt, esimerkiksi bentseeni, tolueeni ja ksyleeni, alifaattiset hiilivedyt, kuten heksaani, heptaani ja sykloheksaani, halogenoidut hiilivetyliuottimet, kuten trikloorietaani ja kloroformi, bensiinijakeet, kuten petrolieetteri, lakka, puhdistetut bensiinijakeet, kuten Naphtalite 66/3, hapetetut liuottimet, kuten hiilivetyeetterit, esimerkiksi tetrahydrofuraani ja etyleeniglykolin dimetyylieetteri, ketonit, kuten metyyli-isobutyyliketoni,

sekä esterit, kuten etyyliasetaatti, ja vastaavat. Voidaan myös käyttää orgaanisten liuottimien seoksia.

Tämän keksinnön mukaisten koostumusten aineosat voidaan sekoittaa keskenään millä tavalla tahansa, kuten esimerkiksi irtotavarana tai orgaanisessa liuottimessa. Koska hartsimainen kopolymeeri A on kiinteä aine ja tarkoituksenmukaista valmistaa ja käsitellä orgaanisessa liuottimessa, keksinnön mukaisen koostumuksen valmistuksessa käytetään edullisesti orgaanista liuotinta, ainakin aineosien A ja B sekoittamisessa. Käytettävä orgaaninen liuotin voi olla mikä tahansa edellä aineosan F yhteydessä mainituista liuottimista. Aineosien sekoitus voidaan toteuttaa millä tahansa tällä alalla tunnetulla tekniikalla, kuten myllyssä, sekoittimessa tai hämmentämällä, joko panosprosessina tai jatkuvatoimisena prosessina.

Tämän keksinnön mukaisen koostumuksen kovettuminen tapahtuu aineosissa C ja D esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien ja aineosassa B esiintyvien alkenyyliryhmien välisellä additioreaktiolla aineosan E katalyyttisen vaikutuksen alaisena. Kovetetun paineherkän liimakoostumuksen stabiilisuuden ja siten suuremman kuoriutumislujuuden ja tarttuvuuden saavat aikaan aineosan C hydridiekvivalenttimassa (HEW) sekä aineosien C ja D keskimääräinen HEW, joka määräytyy sekä C:n että D:n määrän ja HEW-arvon mukaan.

Tämän keksinnön mukainen koostumus voidaan valmistaa, käyttäen apuna liuotinta tai ilman sitä, yksinkertaisesti sekoittamalla aineosat A, B, C, D ja E keskenään mainituissa suhteissa. Aineosien sekoittamisjärjestys ei ratkaiseva, paitsi että aineosat C, D ja E on edullista saattaa yhteen viimeisinä. Tätä kutsutaan tässä yksikomponenttisysteemiksi. Paras menetelmä tämän keksinnön mukaisen koostumukset valmistamiseksi perustuu kuitenkin kaksikomponenttisysteemiin, jossa käytetään kahta seosta, joista toinen sisältää hartsimaista kopolymeeria A, joka voi

olla liuotettuna massaltaan suurin piirtein yhtä suureen määrään orgaanista liuotinta sekoituksen helpottamiseksi, yhdessä polydiorganosiloksaanin B kanssa ja toinen sisältää hartsimaista kopolymeeria A, joka voi myös olla liuotettuna massaltaan suurin piirtein yhtä suureen määrään orgaanista liuotinta sekoituksen helpottamiseksi, yhdessä polydiorganosiloksaanien C ja D kanssa, esivalmistettujen välituotteiden muodostamiseksi. Tämä menetelmä on edullinen, koska se helpottaa suhteen SiH/Si-vinyyli säätelyä. Sellaisten koostumusten aikaansaamiseksi, joiden kiintoainepitoisuus on vähintään 90 %, edullisesti noin 95 %, kopolymeeri-polydiorganosiloksaaniseoksista tulisi poistaa haihtuvat aineosat olosuhteissa, jotka vastaavat 1 tunnin kuumennusta 150 °C:ssa ilmakehän paineessa, jotta saavutetaan mahdollisimmat edulliset paineherkän liiman ominaisuudet. On selvää, että liian korkeita lämpötiloja pitäisi välttää, kun aineosista A ja B tai niiden seoksista poistetaan haihtuvia aineosia. 100 °C:n lämpötilaa, edullisesti 80 °C:n lämpötilaa, ei tulisi ylittää. Aineosien A ja B sekä liuottimen seoksesta poistetaan haihtuvat aineosat ohuena kalvona korkeintaan 70 °C:n lämpötilassa ja täydellisessä vakuumissa. Jäähdytettyihin seoksiin, joista on poistettu haihtuvat aineosat, voidaan lisätä lisää liuotinta halutun viskositeetin aikaansaamiseksi. Aineosien A ja B seokseen, josta on poistettu haihtuvat aineosat, lisätään katalysaattori E kaksikomponenttisysteemin ensimmäisen komponentin koostumuksen saamiseksi valmiiksi. Toinen seos valmistetaan sekoittamalla aineosat A ja C keskenään ja poistamalla seoksesta sitten haihtuvat aineosat korkeintaan 70 °C:n lämpötilassa ja täydellisessä vakuumissa. Aineosa D voidaan, sen haihtuvuudesta riippuen, lisätä aineosien A ja C seokseen joko ennen haihtuvien aineosien poistamista seoksesta tai sen jälkeen. Aineosien A, C ja D jäähdytettyyn, haihtuvia aineosia sisältämättömään seokseen voidaan myös lisätä pieni määrä additioko-

vettumisen inhibiittoria ja lisää liuotinta halutun viskositeetin saavuttamiseksi. Lopullinen koostumus valmistetaan sekoittamalla kyseiset kaksi komponenttia sopivina määrinä.

Edullisessa toteutusmuodossaan tämän keksinnön mukainen koostumus sisältää siis

(1) liuottimetonta seosta, joka sisältää noin 55 - 62 paino-% aineosaa A ja noin 38 - 45 paino-% aineosaa B;

(2) liuottimetonta seosta, joka sisältää noin 55 - 62 paino-% aineosaa A ja noin 38 - 45 paino-% aineosia C ja D; sekä

(3) hydrosilaation katalysaattoria.

Haluttaessa tämän keksinnön mukaiseen koostumukseen voidaan lisätä pieniä määriä lisäaineosia. Siihen voidaan esimerkiksi lisätä hapettumisenestoaineita, pigmenttejä, stabilaattoreita, täyteaineita ja vastaavia, kunhan ne eivät heikennä olennaisesti näiden koostumusten niitä ominaisuuksia, jotka ovat olennaisia paineherkälle liimalle. Haihtuvat lisäaineet lisätään edullisesti sen jälkeen, kun mahdolliset liuottimenpoistovaiheet on saatettu päätökseen.

Sekoitettaessa aineosat A, B, C, D ja E koostumus alkaa kovettua nopeudella, joka on suoraan verrannollinen koostumuksen lämpötilaan. Tämän keksinnön mukainen koostumus voidaan kovettaa huoneenlämpötilassa tai kuumentaen. Kuumennuskovetusta käytettäessä voidaan käyttää noin 80 - 200 °C:n lämpötilaa. Tämän keksinnön mukainen koostumus kovettuu kuitenkin matalissa lämpötiloissa, so. 105 - 125 °C:ssa, 5 minuutissa ja lyhyemmässäkin ajassa, jolloin muodostuu paineherkkiä liimoja, joilla on suuri kuoriutumislujuus ja suuri tarttuvuus. Näiden koostumusten poikkeukselliset paineherkän liimalle tunnusomaiset ominaisuudet kehittyvät, kun koostumus kovetetaan ja kovetettu koostumus ei sisällä olennaisesti orgaanista liuotinta.

Tämän keksinnön mukainen kovettamaton koostumus tulisi edullisesti käyttää muutaman tunnin kuluessa val-

mistuksesta, joskin tätä aikaväliä valmistuksesta käyttöön, joka muuten tunnetaan "varastoinninkestävyytenä", voidaan pidentää useaan vuorokauteen jäähdyttämällä seos -20 °C:n tai sitä alempaan lämpötilaan. Pitkä tai pitempi "varastoinninkestävyys" voidaan saavuttaa myös sekoittamalla toiseen komponentiin, jos käytetään kaksikomponenttisysteemiä, tai kovetettavissa olevaan seokseen platinakatalysaattorin inhibiittoria.

Platinakatalysaattorin inhibiittoreita, jotka ovat käyttökelpoisia tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa ja estävät kovettumisen koostumuksissamme vaihtelevan pituiseksi ajaksi, ovat inhibiittorit, joita on kuvattu US-patenttijulkaisuissa 3 188 299, 3 188 300, 3 192 181, 3 344 111, 3 383 356, 3 445 420, 3 453 233, 3 453 234 ja 3 532 649, ja muut alalla mahdollisesti tunnetut inhibiittorit. Kaikki tässä kappaleessa mainitut patenttijulkaisut sisällytetään tähän lähdeviitteiksi. Konkreettisia esimerkkejä tämän keksinnön mukaisessa koostumuksessa käyttökelpoisista inhibiittoreista ovat alkenyynit, kuten 3-metyyli-3-penten-1-yyni ja 3,5-dimetyyli-3-heksen-1-yyni, alkynyylialkoholit, kuten 3-metyyli-1-butyn-3-oli, 3,5-dimetyyli-1-heksyn-3-oli, 3-metyyli-1-pentyn-3-oli ja fenyylibutynoli, tyydyttämättömät esterit, kuten alkyylimaleaatit ja substituoidut alkyylimaleaatit, sekä polymetyylivinyylisyklosiloksaanit. Edullisia inhibiittoreita käytettäviksi tässä keksinnössä ovat dialkyylimaleaatit ja edullisin on dimetyylimaleaatti.

Platinakatalysaattorin inhibiittorin tehokkuus riippuu monista seikoista, kuten sen kemiallisesta koostumuksesta, fysikaalisista ominaisuuksia ja pitoisuudesta sekä vastaavista. Tämän keksinnön mukaisiin tarkoituksiin tehokas määrä jotakin määrättyä platinakatalysaattorin inhibiittoria voidaan määrittää rutiinikokeella. Koska platinakatalysaattorin inhibiittorit ovat suhteellisen helposti haihtuvia, ne on edullista lisätä tämän keksinnön

mukaisiin koostumuksiin sen jälkeen, kun kaikki valmistusprosessiin sisältyvät kuumennus- ja/tai alipainevaiheet on saatu päätökseen. Suurimman mahdollisen tehon saavuttamiseksi platinakatalysaattorin inhibiittori tulisi kuitenkin lisätä tämän keksinnön mukaiseen koostumukseen viimeistään samanaikaisesti aineosien C ja D tai niitä sisältävien osien sekoittamisen kanssa ja edullisesti ennen sitä.

Tämän keksinnön mukaiset koostumukset voidaan, kun ne sisältävät platinakatalysaattorin inhibiittoria, kovettaa poistamalla inhibiittori esimerkiksi huoneenlämpötilassa tai sitä korkeammassa lämpötilassa haihduttamalla. Useimmissa tapauksissa kovetus voidaan tehdä myös kuumentamalla koostumus 80 - 200 °C:n lämpötilaan, edullisesti 105 - 125 °C:seen.

Tämän keksinnön mukaista kovettamatonta koostumusta voidaan käyttää yhteen tai useampaan edellä kuvatuista liuottimista tehdyn liuoksen muodossa tai ilman mitään liuotinta. Vaikka orgaanista liuotinta on mahdollista käyttää niinkin paljon kuin 40 % koostumuksen kokonaismassasta, liuottimen mukanaolo ei ole välttämätöntä. Jos liuotinta halutaan olevan mukana, se voidaan toteuttaa yksinkertaisesti olemalla poistamatta kaikkea koostumuksen valmistuksessa käytettyä liuotinta. Vaihtoehtoisesti voidaan poistaa kaikki koostumuksen valmistuksessa käytetty liuotin ja lisätä haluttu määrä samaa tai eri liuotinta. Ammattimiehille on selvää, että siinä tapauksessa, että liuottimella, jota käytetään tämän keksinnön mukaisen koostumuksen levityksen helpottamiseksi, on korkeampi kiehumispiste kuin sen valmistuksessa käytetyllä liuottimella, välttämätön liuottimen vaihto voidaan toteuttaa kahdessa vaiheessa, niin kuin edellä kuvattiin, tai yhdessä vaiheessa, jossa korkeammalla kiehuva liuotin on läsnä seoksessa alempana kiehuvan liuottimen poiston aikana. Jos tämän keksinnön mukaisen koostumuksen valmistuksen aikana jokin osa liuottimesta poistetaan ja erityisesti jos

liuottimen poistamiseen käytetään lämmitystä ja/tai alipainetta, liuotin on edullista poistaa ennen muiden haihtuvien aineosien, kuten inhibiittoreiden tai lisäaineiden, lisäämistä. Liuottimen poisto voidaan tehdä millä tahansa tunnettulla tekniikalla, kuten inerttikaasuvirtauksen avulla, haihduttamalla, tislaamalla, ohuena kalvona haihduttamalla tai vastaavasti, jossakin sellaisessa lämpötilan ja paineen yhdistelmässä, jossa lämpötilan ei ole sallittua nousta noin 120 °C:n, edullisesti noin 80 °C:n, yläpuolelle.

Tämän keksinnön mukaiset koostumukset ovat käyttökelpoisia paineherkkinä liimoina ja tarttuvat kiinteään alustaan, onpa se sitten joustava tai jäykkä. Koostumus yksinkertaisesti levitetään alustan pintaan jollakin sopivalla levityskeinolla, kuten telalla, sivelemällä, ruiskuttamalla tai vastaavasti, ja kovetetaan edellä kuvatulla tavalla. Pitää ymmärtää, että tämän keksinnön mukaisten koostumusten käyttö ei tarkoita pelkästään valmiin, kovettamattoman koostumuksen levittämistä pintaan. Tämän keksinnön piiriin kuuluu esimerkiksi aineosien A, B, C ja D seoksen levitys kiinteälle alustalle ja platinakatalysaattorin E lisääminen sen jälkeen, jolloin tarvittava sekoitus toteutetaan diffundoimalla E aineosista A, B, C ja D koostuvaan kerrokseen. Kovettumisreaktiota on edullista viivyttää, kunnes katalysaattori E on diffundoitunut täydellisesti alustalla olevaan kerrokseen. Kovettuneessa kerroksessa mahdollisesti läsnä olevan liuottimen annetaan edullisesti haihtua, ennen koostumusta kantavan pinnan liittämistä kiinni substraattiin, vaikka se ei olekaan välttämätöntä.

Alustan pintana ja substraattina, johon alusta liitetään kiinni, tulevat kysymykseen kaikki tunnetut kiinteät materiaalit, kuten metallit, esimerkiksi alumiini, hopea, kupari, rauta ja niiden seokset; huokoiset materiaalit, kuten paperi, puu, nahka ja kankaat; orgaaniset

polymeeriset aineet, kuten polyolefiinit, esimerkiksi polyeteeni ja polypropeeni, fluorihiilivetypolymeerit, kuten polytetrafluorieteeni ja polyvinyylifluoridi, silikonielastomeerit, silikonihartsit, polystyreeni, polyamidit (nailon), polyimidit, polyesterit ja akryylipolymeerit; maalatut pinnat, kvartsipitoiset materiaalit, kuten betoni, tiilet, kevytharkot ja lasi, esimerkiksi lasikuitukangas, sekä vastaavat. Huokoiset materiaalit, kuten lasi, kyllästetään usein aineella, joka estää PSA:n kulkeutumisen alustan toiselta pinnalta toiselle pinnalle. On myös tunnettua käsitellä fluorihiilivetypolymeerialustan pinta kemiallisesti PSA:n tarttumisen pintaan parantamiseksi.

Kiinteät alustat, joiden pinnalla on tämän keksinnön mukaisia kovetettuja koostumuksia, saadaan tarttumaan luotettavasti kiinni mihin tahansa kiinteään substraattiin, koska koostumuksilla on toivottu hyvän tarttuvuuden ja suuren liimauslujuuden yhdistelmä.

Sopivia tuotteita, joita voidaan valmistaa tämän keksinnön mukaisia PSA:ita käyttäen, ovat paineherkät teipit, etiketit, tunnukset ja muut koriste- ja tiedotusmerkit sekä vastaavat. Eräs erityisen sopiva tuote on tuote, joka koostuu joustavasta tai jäykästä alustasta, joka kestää äärialueilla olevia lämpötiloja, kuumuutta ja/tai kylmyyttä, ja joka sisältää ainakin yhdellä pinnallaan tämän keksinnön mukaista polyorganosiloksaani-PSA:ta. Sellaisessa tuotteessa saavutetaan täysi hyöty tämän keksinnön mukaisten PSA:iden stabiilisuudesta korkeissa lämpötiloissa ja joustavuudesta matalissa lämpötiloissa.

Eräs edullinen tuote on paineherkkä teippi, joka koostuu kyllästetystä lasikuitukangas-, polyesteripolymeeri-, polyimidipolymeeri- tai kemiallisesti käsitellystä fluorihiilivetypolymeerialustasta, joka sisältää ainakin yhdellä pinnallaan tämän keksinnön mukaista kovetettua koostumusta.

Jotta ammattimiehet voivat saada paremman käsityksen tästä keksinnöstä, esitetään seuraavat esimerkit kek-

sinnön valaisemiseksi mutta ei rajoittamiseksi, jonka keksinnön määrittelevät täysin oheiset patenttivaatimukset.

Kokeellinen osa

Seuraavissa esimerkeissä termi "MQ-hartsi" tarkoittaa sellaisen silikonihartsin 60-painoprosenttista tolueeniliuosta, joka sisältää $(CH_3)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ("M") ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä ("Q") ja jonka silanolisisältö on noin 1 - 3 paino-%.

Alla annetuissa esimerkeissä termi "D" viittaa kyseisissä polymeereissa esiintyviin toistuviin yksiköihin.

Seuraavissa esimerkeissä ristisidoksia muodostavana aineena käytetyn juoksevan, lineaarisen hydridisilikonin kaava on seuraava:

$$(CH_3)_3SiO[(CH_3)_2SiO]_{20}[(CH_3)HSiO]_3Si(CH_3)_3$$

Edellä olevasta kaavasta käytetään tästä eteenpäin merkintää $MD_{20}D^H_3M$, jossa M tarkoittaa ryhmää $(CH_3)_3SiO_{1/2}$, D_{20} tarkoittaa yksikköä $[(CH_3)_2SiO]_{20}$ ja D^H_3 tarkoittaa yksikköä $[(CH_3)HSiO]_3$. Edellä esitetyn juoksevan lineraarisen hydridisilloitusaineen HEW on 625.

Kovetettujen koostumusten liimausominaisuuksien esittelemiseksi yhtenäisellä tavalla kaikki seuraavissa esimerkeissä valmistetut koostumukset levitettiin 25 µm paksulle käsittelemättömälle polyeteenitereftalaattikalvosubstraatille (PET) ja kovetettiin sillä. On huomattava, että kiinnipysymisarvot ovat suoraan verrannollisia substraatin paksuuteen, ts. mitä paksumpi substraatti on, sitä suurempia ovat kiinnipysymisarvot.

Paineherkän liiman kuoriutumislujuus määritettiin Scott Tester -laitteella ruostumattomalla teräslevyllä nopeudella 30,5 cm/minuutti 180°:n vetokulmaa käyttäen. Tarttuvuus mitattiin Polyken Probe Tack Tester -laitteella, jota valmistaa Testing Machines Inc. ja joka oli varustettu mittauspäällä, jonka halkaisija oli 0,5 cm, ja toimi nopeudella 1 cm/s viipymisajan ollessa 1 s.

Esimerkki 1

Silloitusaineeton koostumus

Esimerkki 1 valaisee paineherkän liimakoostumuksen valmistamista ristisidoksia muodostavan aineen poissa ollessa.

Aineosa A on ennalta valmistettu välituotekoostumus, joka sisältää 58 paino-% MQ-silikonihartsia ja 42 paino-% matalaviskositeettista vinyylipäätteistä polydimetyylisiloksaania, jonka viskositeetti on noin 215 cP lämpötilassa 25 °C, polymeroitumisaste noin 120 (eli 4 524 g/vinyyliekvivalentti) ja vinyyliryhmäsisältö 0,597 paino-% ^{29}Si-NMR:n mukaan.

Aineosa B on ennalta valmistettu liuottimeton seos, joka sisältää 58 paino-% MQ-silikonihartsia ja 42 paino-% vetypäätteistä polydimetyylisiloksaania, jonka hydridisisältö on noin 0,0207 paino-%, polymeroitumisaste 128,4 (eli hydridiekvivalenttimassa 4831) ja viskositeetti 208 cP lämpötilassa 25 °C.

Käytetty platinakatalysaattori sisältää 5,0 paino-% platinakompleksikatalysaattoria stabiloituna ylimäärään tetrametyylidivinyylidisiloksaania valmistetussa liuoksessa.

Valmistettiin seos sekoittamalla 5,71 g aineosaa A, 6,2 g aineosaa B, 2 pisaraa dimetyylimaleaatti-inhibiittoria, 50 ppm platinakatalysaatoria ja noin 0,6 g tolueeniliuotinta. Seoksen SiH/Si-vinyylisyhde oli 1,01:1.

Seosta levitettiin sauvapäällystimellä polyeteenitereftalaatti(PET-)kalvolle, jonka paksuus oli 25 µm, ja kovetettiin lämpötilassa 150 °C 3 min, jolloin saatiin kovetettu kalvo, jonka paksuus oli noin 41 µm.

Polyken Probe Tack -laitteella mitattu tarttuvuus oli 340 g ja teräslevyllä kulmassa 180° mitattu kuoriutumislujuus oli 156 g/cm. Kumimaisen tuntuisia jäännöksiä oli sekä teräslevyllä että Probe Tack -laitteen kuparinapilla. Kumimaisten jäännösten läsnäolo osoitti, että sili-

konikalvo ei kovettunut hyvin eivätkä sen ominaisuudet olleet hyväksyttävät. Vaikka tässä esimerkissä hydridiekvivalenttimassa oli 4831, ominaisuudet osoittautuivat hyväksyttäviä heikommiksi juoksevan hydridisilloitusaineen puuttumisen vuoksi.

Esimerkit 2 ja 3

Esimerkeissä 2 ja 3 noudatettiin muuten esimerkin 1 mukaista menettelyä, mutta esimerkissä 2 lisättiin 0,084 g juoksevaa, vetyä sisältävää silloitusainetta (silloitusainepitoisuudeksi tuli 20 mol-% ja keskimääräiseksi hydridiekvivalenttimassaksi 3990) ja esimerkissä 3 lisättiin 0,144 g juoksevaa, vetyä sisältävää silloitusainetta (silloitusainepitoisuudeksi tuli 30 mol-% ja keskimääräiseksi hydridiekvivalenttimassaksi 3570). Esimerkin 2 mukaisen kovetetun näytteen tarttuvuus ja kuoriutumislujuus olivat 920 g ja vastaavasti 424 g/cm. Esimerkin 3 mukaisen kovetetun näytteen tarttuvuus ja kuoriutumislujuus olivat 778 g ja vastaavasti 424 g/cm.

Kumpikin näyte kovettui hyvin eikä jättänyt jäännöksiä. Esimerkkin 2 ja 3 tulokset osoittavat dramaattisen kovettumisvasteen ja liimausominaisuuksien merkittävän paranemisen sekä tarttuvuuden että kuoriutumislujuuden suhteen, jotka saadaan aikaan käyttämällä juoksevaa vetysiloksaanisilloitusainetta haluttujen hydridiekvivalenttimassojen (HEW) saavuttamiseksi. Esimerkkien 2 ja 3 tulokset osoittavat lisäksi, että saavutetaan erinomaiset paineherkän liiman ominaisuudet HEW:n ollessa 3 500 - 4 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi (eli hydridisilloitusainepitoisuudella 20 - 30 mol-%). Nämä esimerkit osoittavat lisäksi, että saavutetaan erinomaiset tarttumis- ja kuoriutumislujuusominaisuudetSH/Si-vinyylikokonaissuhteen ollessa 1,27 ja vastaavasti 1,45.

Esimerkki 4

Esimerkki 4 valaisee vaikutusta tarttuvuuteen ja kuoriutumislujuuteen, joka saavutetaan käytettäessä juok-

sevaa hydridipäätteistä silikonia, jonka hydridiketjun pituus on 68 D-yksikköä ja HEW 2 588 g/piihin sitoutunut vetyatomi, aineosassa B juoksevan hydridipäätteisen silikonin sijasta, jonka hydridiketjun pituus on 128 D-yksikköä. Tämän juoksevan hydridipäätteisen aineen viskositeetti oli 72 cP lämpötilassa 25 °C. Esimerkissä 4 valmistettu koostumus oli muuten samanlainen kuin esimerkissä 3 valmistettu.

Tätä koostumusta levitettiin polyeteenitereftalaattikalvole, jonka paksuus oli 25 µm, ja kovetettiin kuten esimerkeissä 1 - 3. Kovetetun kalvon tarttuvuus oli 710 g ja kuoriutumislujuus 335 g/cm. Vaikka esimerkin 4 mukaisen kovetetun kalvon tarttumis- ja kuoriutumislujuusominaisuudet olivat hieman heikommat kuin esimerkissä 3 valmistetun kalvon, ne olivat silti hyvät. Tämä esimerkki valaisee lisäksi koostumusten ominaisuuksia, joilla keskimääräinen HEW on noin 2 000, verrattuina koostumuksiin, joilla HEW on alueella 3 500 - 4 000. Tämä esimerkki tukee lisäksi viimeisissä esimerkissä tehtyjä havaintoja, nimittäin sitä, että hyviä ominaisuuksia saavutetaan SiH-Si-vinyylisuhteen ollessa 1,40:1.

Esimerkki 5

Esimerkki 5 valaisee silloitusaineen rakenteen vaikutusta kovettumisen laatuun ja kovetetun PSA-kalvon ominaisuuksiin. Esimerkissä 5 toistettiin muuten esimerkin 2 mukainen menettely, mutta käytettiin hydridipitoista siloksaanihartsia, joka sisälsi $(CH_3)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä, $(CH_3)SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $SiO_{4/2}$-yksiköitä ja jonka hydridiekvivalenttimassa oli 111 g/piihin sitoutunut vetyatomi eli vetypitoisuus 0,90 %, juoksevan vetysiloksaanisilloitusaineen tilalla. Lopullisen koostumuksen keskimääräinen HEW oli 3 887 g/piihin sitoutunut vetyatomi. Kovettuneen kalvon tarttuvuus oli 694 g ja kuoriutumislujuus 391 g/cm. Koostumus kovettui hyvin eikä jättänyt jäännöksiä.

Esimerkin 5 mukainen koostumus kovettui nopeammin kuin silloitusaineeton koostumus (esimerkki 1). Lisäksi

esimerkin 5 mukaisella kovetetulla PSA-kalvolla oli erinomainen kuoriutumislujuus ja heikompi, mutta silti hyväksyttävä, tarttuvuus kuin kovetetulla PSA-kalvolla, joka valmistettiin käyttämällä juoksevaa vetysiloksaanisilloitusainetta (esimerkit 2 - 3), ja sen HEW-arvo oli alueella 3 500 - 4 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

Esimerkit 2 - 5 osoittavat, että saadaan tyypiltään mukautuvampi ja joustavampi kovetettu PSA-kalvo käyttämällä lineaarista vetysiloksaanisilloitusainetta ja korkeampaa HEW-arvoa.

Esimerkki 6

Esimerkki 6 valaisee vaikutuksia tarttumis- ja kuoriutumislujuusominaisuuksiin, joita saavutetaan käyttämällä aineosassa B juoksevaa hydridipäätteistä silikonia, jonka hydridiketjun pituus on 68 D-yksikköä (HEW 2 588) 128 D-yksikön (HEW 4831) sijasta. Muuten toistettiin esimerkin 5 mukainen menettely. Lopullisen koostumuksen keskimääräinen HEW oli 2 092. Kovetetun PSA-kalvon tarttuvuudeksi saatiin 772 g ja kuoriutumislujuudeksi 312 g/cm. Esimerkin 6 mukainen koostumus kovettui hyvin eikä jättänyt jäännöksiä.

Taulukkoon 1 on koottu tiedot, jotka koskevat hydridi-vinyylikokonaissuhdetta, silloitusaineen mooliprosenttista osuutta, keskimääräistä hydridiekvivalenttimassaa ({HEW}), hydridiketjun pituutta (ilmoitettu D-yksiköinä) ja MQ-hartsipitoisuutta, ja taulukossa 2 esitetään kovetettujen PSA-kalvojen tarttuvuus, kuoriutumislujuus ja kovettumisen laatu. Vinyyliketjun pituus oli 120 kussakin esimerkissä.

Taulukko 1

Esimerkit 1 - 6; formulat

Esimerkin nro	Silloitus-aineen (HEW)	Hydridi-vinyyli kokonais-suhde	Silloitus-aineen osuus (mol-%)	(HEW)	Hydridi-ketjun pitoisuus (D)	MQ-hartsi-pitoisuus
1	Ei	1,01	0	Ei	128,00	58,00
2	Juokseva hydridi (625)	1,27	20,00	3990	128,00	58,00
3	Juokseva hydridi (625)	1,45	30,00	3570	128,00	58,00
4	Juokseva hydridi (625)	1,40	30,00	2000	68,00	58,00
5	MHQ (111)	1,27	20,00	3887	128,00	58,00
6	MHQ (111)	1,27	20,00	2092	68,00	58,00

Taulukko 2

Esimerkin nro	Tarttuvuus (g/cm^2)	Kuoriutumis-lujuus (g/cm)	Kovettumisen laatu
1	340	156	Käännöksiä
2	920	424	Kovettui hyvin
3	778	424	Kovettui hyvin
4	710	335	Kovettui hyvin
5	694	391	Kovettui hyvin
6	722	312	Kovettui hyvin

Taulukossa 2 esitetut tulokset osoittavat, että ilman silloitusainetta (esimerkki 1) koostumuksella on heikko kuoriutumislujuus ja kovettumisen laatu. Käytettäessä silloitusainetta koostumuksella oli korkea kuoriutumislujuus ja hyvä kovettumisen laatu hyvän tarttuvuuden lisäksi.

Esimerkki 7

Silloitusaineeton koostumus

Noudatettiin muuten esimerkin 1 mukaista menettelyä, mutta komponentin B määrä oli 7,74 g eikä 6,2 g. Tuloksena olevassa seoksessa päätevetyryhmien suhde päätevinyyliryhmiin oli 1,27:1, eikä se sisältänyt hydridisilloitusainetta. Koostumusta levitettiin kalvoksi, jonka paksuus oli 38 µm, kolmelle eri polyeteenitereftalaattisubstraatille, joiden paksuus oli 25 µm, ja kovetettiin. Kyseisiä kolmea kalvoa kovetettiin 5 min lämpötilassa 105 °C, 3 min lämpötilassa 125 °C ja vastaavasti 3 min lämpötilassa 150 °C. Tarttuvuustestin aikana havaittiin jäännöksiä. Kuorimistestissä havaittiin liiman koossapysyvyyden pettäminen kaikkien kolmen päällystetyn substraatin yhteydessä. Kalvolla, jota kovetettiin 3 min lämpötilassa 150 °C, tarttuvuus oli 482 g ja kuoriutumislujuus 368 g/cm. Esimerkki 7 valaisee hydridisilloitusaineen tarpeellisuutta jäännöksiä jättämättömien teippien aikaansaamiseksi.

Esimerkki 8

Valmistettiin muuten samanlainen koostumus kuin esimerkissä 1, mutta esimerkin 8 mukaiseen koostumukseen lisättiin 0,0372 g juoksevaa vetysiloksaanisilloitusainetta, jonka HEW oli 625. Esimerkin 8 mukaisessa koostumuksessa hydridisilloitusaineen osuus koostumuksen reaktiivisten piihin sitoutuneiden vetyatomien kokonaismäärästä oli 10 % eli HEW oli 4 410. Toistettiin esimerkissä 7 kuvattu kovetusmenettely eli levitettiin koostumuskalvo, jonka paksuus oli 38 µm, kolmelle eri polyeteenitereftalaattisubstraatille, joiden paksuus oli 25 µm, ja kovetettiin 5 min lämpötilassa 105 °C, 3 min lämpötilassa 125 °C ja vastaavasti 3 min lämpötilassa 150 °C.

Kovettuminen ei mennyt loppuun lämpötilassa 105 °C kovetusajan ollessa 5 min. Hyvä kovettuminen saavutettiin lämpötilassa 125 °C kovetusajan ollessa 3 min ja lämpöti-

lassa 150 °C kovetusajan ollessa 3 min. Esimerkissä 8 kovetetun kalvon kovettumisen laatu oli parempi kuin esimerkeissä 1 ja 7 kovetettujen kalvojen, mikä osoittaa silloitusaineen tarpeellisuuden kovettumisen hyvän laadun saavuttamiseksi.

Lämpötilassa 125 °C 3 min kovetetun esimerkin 8 mukaisen kalvon tarttuvuus ja kuoriutumislujuus olivat 778 g ja vastaavasti 413 g/cm.

Esimerkki 9

Toistettiin muuten esimerkki 8, mutta aineosassa A käytettiin vinyylipolymeerinä juoksevaa vinyylipäätteistä ainetta, jonka vinyyliketjun pituus oli 105 D-yksikköä, ja aineosassa B käytettiin juoksevana hydridinä juoksevaa hydridipäätteistä ainetta, jonka hydridiketjun pituus oli 121 D-yksikköä (ts. HEW 4 560). Lisäksi esimerkissä 8 käytetyn hydridisilloitusaineen osuus koostumuksen reaktiivisten piihin sitoutuneiden vetyatomien kokonaismäärästä oli 20 mol-%. Lopullisen koostumuksen keskimääräinen HEW oli 3 796. Levitettiin koostumuskalvo, jonka paksuus oli 46 µm, kolmelle eri polyesterisubstraatille, joiden paksuus oli 25 µm, ja kovetettiin 5 min lämpötilassa 105 °C, 3 min lämpötilassa 125 °C ja vastaavasti 3 min lämpötilassa 150 °C. Kaikki kolme kalvopäällystettä kovettuivat jäännöksiä jättämättömiksi kalvoiksi.

Lämpötilassa 150 °C 3 min kovetetun esimerkin 9 mukaisen kalvon tarttuvuus ja kuoriutumislujuus olivat 786 g ja vastaavasti 458 g/cm.

Esimerkin 9 mukaisella koostumuksella oli suurin kovettumisnopeus ja parhaat kovettumistulokset kaikissa kolmenlaisissa kovetusolosuhteissa. Kovettuneen koostumuksen ominaisuudet olivat erinomaiset.

Verrattuna esimerkkiin 7, jossa käytettiin samaa SiH/Si-vinyylisuhdetta, esimerkki 9 valaisee hydridisilloitusaineen käytön hyötyä PSA-koostumuksen kovettumisen nopeuttamisessa.

Taulukkoon 3 on koottu tiedot, jotka koskevat hydridi-vinyylikokonaissuhdetta, silloitusaineen mooliprosenttista osuutta ja SiH/Si-vinyylikokonaissuhdetta esimerkeissä 8 ja 9, ja taulukossa 4 esitetään kovetettujen PSA-kalvojen tarttuvuus, kuoriutumislujuus ja kovettumisen laatu.

Taulukko 3

Esimerkit 8 ja 9; formulat

Esimerkin nro	Silloitusaine (HEW)	Silloitusaineen osuus (mol-%)	(HEW)	SiH/Si-vinyylikokonaissuhde	105 °C 5 min	125 °C 3 min	150 °C 3 min
8	Juokseva hydridi (625)	10,00	4410	1,12	Jäännökset	Kovettui hyvin	Kovettui hyvin
9	Juokseva hydridi (625)	20,00	3796	1,22	Kovettui hyvin	Kovettui hyvin	Kovettui hyvin

Taulukko 4

Esimerkit 8 ja 9; ominaisuudet

Esimerkin nro	Tarttuvuus g/cm^2)	Kuoriutumislujuus (g/cm)
8	778	413
9	786	458

Esimerkit 10 - 26

Esimerkeissä 10 - 26 valmistettiin samanlaisia koostumuksia kuin esimerkissä 1 lukuun ottamatta komponenttia B ja silloitusaineen läsnäoloa esimerkissä 10 - 26. Esimerkissä 10 - 26 valmistetut koostumukset erosivat toisistaan silloitusaineen tyypin, silloitusaineen keskimääräisen HEW:n, silloitusaineen ja silikonihydridin viskositeetin, juoksevan silikonin HEW:n ja silloitusaineen mooliprosenttisen osuuden suhteen. Esimerkeissä 10 - 13 juoksevaa hydridipäätteistä silikonia, ts. tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosaa C, ei ollut läs-

nä. Näitä ominaisuuksia koskevat arvot on koottu taulukkoon 5. Alla esitettävät koostumukset 20, 21 ja 22 ovat samanlaisia kuin esimerkeissä 3, 9 ja vastaavasti 2 valmistetut koostumukset. Alla olevassa taulukossa 5 termi "SiH:SiVi" tarkoittaa edellä kuvattua SiH/Si-vinyylisuhdetta. Termi "SiH HEW" tarkoittaa juoksevan silikonihydridin, ts. tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosan C, hydridiekvivalenttimassaa. Termi "silloitusaineen HEW" tarkoittaa hydridisilloitusaineen, ts. tämän keksinnön mukaisen koostumuksen aineosan D, hydridiekvivalenttimassaa.

Taulukko 5

Esimerkin nro	Silloitusaineen tyyppi	(HEW)	Silloitusaineen ja juoksevan SIH-yhdisteen viskositeetti (cp)	Silloitusaineen HEW	Juoksevan SIH-yhdisteen HEW	Silloitusaineen osuus (mol-%)
10	D_4^H (SiH/SiVi=1.42)	60,1	5	60,1	Ei	100
11	$MD^H_{92}M$ (SiH/SiVi=1.42)	61,8	30	61,8	Ei	100
12	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42)	625	23	625	Ei	100
13	$MD_{363}D_{18}^HM$ (SiH/SiVi=1.40:1)	1562	2320	1562	Ei	100
14	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	1000	27	625	4831	91,1
15	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	1000	27	625	2588	80,9
16	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	1200	30	625	2588	70,7
17	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	1300	32	625	2588	65,6
18	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	1500	37	625	2588	55,4
19	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	2000	49	625	2588	30
20	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	3570	114	625	4831	30
21	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	3796	125-130	625	4560	20
22	$MD_{20}D_3^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	3990	136	625	4831	20
23	$MD_{363}D_{18}^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	2000	615	1562	2588	57,3
24	$MD_{363}D_{18}^HM$ (SiH/SiVi=1.42:1)	4500	270	1562	4831	10,1
25	$M^H_{1.8}D_{0.2}Q$ (SiH/SiVi=1.27:1)	2092	64	111	2588	20
26	$M^H_{1.8}D_{0.2}Q$ (SiH/SiVi=1.27:1)	3887	150	111	4831	20

Näissä esimerkeissä valmistettuja koostumuksia kovetettiin noin 3 min suunnilleen lämpötilassa 150 °C. Esimerkeissä 10 - 26 valmistettujen substraatilla olevien PSA-päällysteiden paksuudet, tarttumis- ja kuoriutumislujuusominaisuudet ja kovetettujen PSA:iden kovettumisen laatua koskevat kommentit esitetään alla olevassa taulukossa 6.

Taulukko 6

Esimerkit 10 - 26; ominaisuudet

Esimerkin nro	Paksuus (mm)	Kuoriutumislujuus (g/cm)	Tarttuvuus (g)	Kovettumisen laatu
10	66	112	300	Jäännöksiä
11	56	179	52	Hyvä, ei jäännöksiä
12	41	145	200	Hyvä, ei jäännöksiä
13	53	257	456	Hyvä, ei jäännöksiä
14	36	167	412	Hyvä, ei jäännöksiä
15	36	156	326	Hyvä, ei jäännöksiä
16	41	212	510	Hyvä, ei jäännöksiä
17	38	223	532	Hyvä, ei jäännöksiä
18	38	246	574	Hyvä, ei jäännöksiä
19	38	335	710	Hyvä, ei jäännöksiä
20	46	424	778	Hyvä, ei jäännöksiä

21	46	458	786	Hyvä, ei jäännöksiä
22	46	424	920	Hyvä, ei jäännöksiä
23	48	279	416	Hyvä, ei jäännöksiä
24	64	458	525	Hyvä, ei jäännöksiä
25	41	312	722	Hyvä, ei jäännöksiä
26	43	391	694	Hyvä, ei jäännöksiä

Edellä olevat esimerkit 10 - 26 valaisevat yhteyttä pelkän silloitusaineen (D) hydridiekvivalenttimassan tai silloitusaineen (D) ja juoksevan silikonohydridin (C) yhdistetyn hydridiekvivalenttimassan ja paineherkän liiman hyvien ominaisuuksien välillä. Esimerkit 13 ja 18 valaisevat sitä, että jos hydridipitoisen silikonisilloitusaineen hydridiekvivalenttimassa on vähintään 1500 g/piihin sitoutunut vetyatomi, voidaan saavuttaa paineherkän liiman hyvät ominaisuudet juoksevan silikonihydridin (C) poissa ollessa. Paineherkän liiman hyvät ominaisuudet saavutetaan, kunhan paineherkän liimakoostumuksen hydridiekvivalenttimassa on vähintään 1500 g/piihin sitoutunut vetyatomi. Tällainen hydridiekvivalenttimassa voidaan saavuttaa aineosien C ja D yhdistetyllä keskimääräisellä hydridiekvivalenttimassalla tai pelkän aineosan D hydridiekvivalenttimassalla.

24

Patenttivaatimukset:

1. Organopolysiloksaanikoostumus, joka on kovetettavissa niin, että saadaan aikaan paineherkkä liima, jolla on suuri tarttuvuus ja kuoriutumislujuus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää

(A) noin 50 - 75 massaosaa tolueeniliukoista hartsimaista kopolymeeria, joka koostuu $R_3SiO_{1/2}$-yksiköistä ja $SiO_{4/2}$-yksiköistä, jossa ensin mainitussa kaavassa kukin R on alkyyli- tai alkenyyliryhmä, joka hartsimainen kopolymeeri sisältää noin 0,2 - 5,0 paino-% (kopolymeerin kokonaismassasta laskettuna) hydroksyyliryhmiä ja jossa vähintään 95 % kaikista R-ryhmistä on alkyyliryhmiä, alkenyyliryhmien kokonaismäärä on 0 - 0,5 % kaikista R-ryhmistä ja $R_3SiO_{1/2}$-yksiköiden ja $SiO_{4/2}$-yksiköiden moolisuhde on noin 0,6 - 0,9 mainitut arvot mukaan luettuina;

(B) alkenyylipäätteistä polydiorganosiloksaania, jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 10 - 500 cP ja jonka yleinen kaava on

(I) $$R^2R^1_2SiO(R^3_2SiO)_mSiR^1_2R^2,$$

jossa kukin R^1 on itsenäisesti noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, kumpikin R^2 on noin 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkenyyliryhmä, kukin R^3 on itsenäisesti ryhmä R^1 tai R^2 sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 % kaikista R^3-ryhmistä on ryhmiä R^1, ja m on suunnilleen alueella 1 - 300 oleva luku;

(C) noin 0 - 90 mol-% aineosien (A) ja (B) seoksen kanssa yhteen sopivaa hydridipäätteistä organovetypolysiloksaania (joka aineosan (C) mooliprosenttiosuus perustuu aineosien (C) ja (D) sisältämän, piihin sitoutuneen vedyn kokonaismäärään), jonka viskositeetti 25 °C:ssa on noin 10 - 1 000 cP ja jonka yleinen kaava on

(II) $R^4_2HSiO(R^5_2SiO)_aSiHR^4_2$,

jossa kukin R^4 on itsenäisesti 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä ja kukin R^5 on vety tai ryhmä R^4 sillä edellytyksellä, että vähintään 99,5 % kaikista R^5-ryhmistä on ryhmiä R^4, a on suunnilleen alueella 1 - 500 oleva luku ja kutakin aineosan (C) molekyyliä kohden on olemassa vähintään kaksi piihin sitoutunutta vetyatomia eikä yhteenkään piiatomiin ole sitoutunut useampia kuin yksi vetyatomi;

(D) sellaisen määrän polydiorganosiloksaania, joka sisältää vetyä ja nimenomaan enemmän kuin 2 piihin sitoutunutta vetyatomia ketjua kohden, että aineosan (D) sisältämän piihin sitoutuneen vedyn määrä on noin 10 - 100 mol-% aineosien (C) ja (D) yhteensä sisältämästä piihin sitoutuneen vedyn määrästä, jona aineosana (D) tulevat kysymykseen pääasiassa

(1) juoksevat, lineaariset, vetyä sisältävät polydiorganosiloksaanit, joiden viskositeetti 25 °C:ssa on noin 5 - 12 000 cP, hydridiekvivalenttimassa on noin 60 - 10 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi ja yleinen kaava on

$(R^6)_3SiO[R^6)_2SiO]_x[HR^6SiO]_ySi(R^6)_3$,

jossa R^6 on 1 - 10 hiiliatomia sisältävä alkyyliryhmä tai aryyliryhmä, x on suunnilleen alueella 0 - 800 oleva luku ja y on suunnilleen alueella 3 - 100 oleva luku, ja

(2) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, joina tulevat kysymykseen pääasiassa

(a) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 60 - 100 paino-% $SiO_{4/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:SiO_{4/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 40 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä, ja

(b) hartsimaiset, vetyä sisältävät siloksaanikopolymeerit, jotka sisältävät

(i) noin 30 - 100 paino-% $R^7SiO_{3/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2HSiO_{1/2}$-yksiköitä, joiden suhde, so. $(R^7)_2HSiO_{1/2}:R^7SiO_{3/2}$, on noin 0,6:1 - 2:1, ja

(ii) 0 - 70 paino-% $(R^7)_3SiO_{1/2}$-yksiköitä ja $(R^7)_2SiO_{2/2}$-yksiköitä,

joissa kaavoissa R^7 on 1 - 6 hiiliatomia sisältävä monovalenttinen hiilivetyryhmä ja vähintään 95 % kaikista R^7-ryhmistä on alkyyliryhmiä, ja joiden hartsimaisten siloksaanikopolymeerien hydridisisältö on noin 0,05 - 1,2 paino-% ja hydridiekvivalenttimassa noin 80 - 2000 g/piihin sitoutunut vetyatomi; aineosien (B), (C) ja (D) yhteismäärän ollessa noin 25 - 50 massaosaa, aineosien (A), (B), (C) ja (D) yhteismäärän ollessa 100 massaosaa, aineosissa (C) ja (D) esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien ja aineosissa (A) ja (B) yhteensä esiintyvien, piihin sitoutuneiden, olefiinisesti tyydyttämättömien ryhmien moolisuhteen ollessa noin 1,1:1 - 15,0:1 sekä aineosien (C) ja (D) keskimääräisen hydridiekvivalenttimassan ollessa vähintään 1 500 g/piihin sitoutunut vetyatomi aineosissa (C) ja (D) esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien yhteismäärään perustuen;

(E) katalyyttisen määrän hydrosilaation katalysaattoria; ja

(F) noin 0 - 40 paino-% orgaanista liuotinta.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää riittävän määrän aineosaa (C) muodostamaan noin 20 - 80 mol-% piihin sitoutuneen vedyn määrästä ja riittävän määrän aineosaa (D) muodostamaan noin 20 - 80 mol-% piihin sitoutuneen vedyn määrästä.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että R on 1 - 6 hiiliatomia sisältävä monovalenttinen hiilivetyryhmä, jona tulevat kysymykseen pääasiassa alkyyliryhmät, sykloalifaattiset ryhmät, olefiiniset ryhmät ja fenyyliryhmät.

4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että aineosan (A) silanolisisältö on noin 1,0 - 3,0 paino-%.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että aineosan (C) hydridiekvivalenttimassa on noin 800 - 15 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että aineosissa (C) ja (D) esiintyvien, piihin sitoutuneiden vetyatomien ja aineosissa (A) ja (B) yhteensä esiintyvien, piihin sitoutuneiden, olefiinisesti tyydyttämättömien ryhmien moolisuhde on noin 1,3:1 - 4,0:1.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että vetyä sisältävän polydiorganosiloksaanin (D)(1) hydridiekvivalenttimassa on noin 80 - 2 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että vetyä sisältävän hartsimaisen siloksaanikopolymeerin (D)(2) hydridiekvivalenttimassa on noin 80 - 2 000 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että aineosien (B), (C) ja (D) yhteismäärä on noin 30 - 50 massaosaa.

10. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että vetyä sisältävää polydiorganosiloksaania (D) on mukana siinä sellainen määrä, että (D):n sisältämän piihin sitoutuneen vedyn määrä on noin 20 - 80 mol-% aineosien (C) ja (D) yhteensä sisältämästä piihin sitoutuneen vedyn määrästä.

11. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että vetyä sisältävää polydiorganosiloksaania (D) on mukana riittävä määrä saamaan kokonaiskoostumuksessa aikaan keskimääräisen hydridiekvivalenttimassan, joka on vähintään 1500 g/piihin sitoutunut vetyatomi.

12. Patenttivaatimuksen 1 mukainen koostumus, t u n n e t t u siitä, että se sisältää lisäksi hydrosilaatiokatalysaattorin inhibiittoria.