

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 996 217**

51 Int. Cl.:

**C08K 3/013** (2008.01)  
**C08K 3/36** (2006.01)  
**C08K 5/00** (2006.01)  
**C08K 5/5435** (2006.01)  
**C08K 5/544** (2006.01)  
**C08L 83/04** (2006.01)  
**C08L 83/06** (2006.01)  
**C08G 77/16** (2006.01)  
**C08G 77/18** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.05.2018** **PCT/CN2018/087419**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **21.11.2019** **WO19218330**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.05.2018** **E 18918577 (0)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2024** **EP 3765549**

54 Título: **Composición de polisiloxano**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**12.02.2025**

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.00%)**  
**Gisela-Stein-Straße 1**  
**81671 München, DE**

72 Inventor/es:

**YANG, LEI y**  
**NIE, JIAN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 996 217 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Composición de polisiloxano

# 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de polisiloxano, y particularmente a una composición de polisiloxano de curado alcoxi que puede curar a temperatura ambiente y reducir o eliminar los picos de viscosidad durante el proceso de preparación.

10

# Antecedentes de la invención

Los cauchos de silicona vulcanizados a temperatura ambiente de un componente (RTV-1) de curado alcoxi se formulan habitualmente con  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano como polímero de base, metiltrimetoxisilano como agente reticulante, organotitanio como catalizador y opcionalmente rellenos y aditivos. En la producción de cauchos RTV-1 de curado alcoxi, después de la adición de catalizador de organotitanio a  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano, la reacción entre los grupos hidroxilo en el polímero y el organotitanio habitualmente da lugar a un aumento de la viscosidad o incluso gelificación del sistema; este fenómeno también se conoce como "pico de viscosidad". La solución común a esta cuestión es reducir la viscosidad de los compuestos de caucho por cizallamiento a alta velocidad y dejar reposar durante un periodo de tiempo. Sin embargo, esto no es tan eficaz, especialmente para sistemas de caucho de silicona RTV-1 de curado alcoxi sin rellenos o con sílice de combustión como relleno, y también aporta un gran inconveniente a la producción.

15

20

25

Para evitar los picos de viscosidad durante la mezcla del polímero con el catalizador de organotitanio, se usa un poldimetilsiloxano terminado en alcoxi como polímero de base, que se prepara típicamente haciendo reaccionar un poldimetilsiloxano terminado en hidroxilo con un alcoxisilano en presencia de un catalizador. Este método, sin embargo, requiere la preparación del polímero por anticipado, que es un proceso complicado a alto coste.

30

# Sumario de la invención

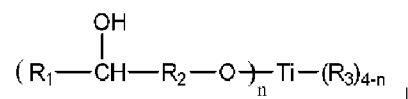
Para reducir o eliminar los picos de viscosidad durante la producción de cauchos de silicona RTV-1 de curado alcoxi sin alterar el posterior curado, el primer aspecto de la presente invención proporciona una composición de polisiloxano que comprende los siguientes ingredientes:

35

- (a) un poliorganosiloxano terminado en hidroxilo;
- (b) un alcoxisilano multifuncional; y
- (c) un compuesto de organotitanio que tiene la siguiente fórmula general I o II, o un multipolímero del mismo que tiene un grado de polimerización de 2 a 10,

40

- (i) un compuesto de organotitanio I con la siguiente fórmula general I,

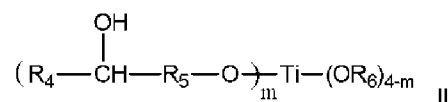


45

donde n es un número entero arbitrario entre 1 y 4,  
 $\text{R}_1$  es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 $\text{R}_2$  es un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 $\text{R}_3$  es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 32 átomos de carbono,  
 en donde los grupos de hidrocarburo incluyen tanto lineales como ramificados;

50

- (ii) un compuesto de organotitanio II con la siguiente fórmula general II,



55

donde m es un número entero arbitrario entre 2 y 4,  
 $\text{R}_4$  es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 $\text{R}_5$  es un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 $\text{R}_6$  es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 4 a 32 átomos de carbono,  
 en donde los grupos de hidrocarburo incluyen tanto lineales como ramificados;

60

opcionalmente,

que comprende además un catalizador (d).

#### Ingrediente (a)

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (a) se usa como polímero de base, que puede seleccionarse de diversos poliorganosiloxanos terminados en hidroxilo o mezclas de los mismos, usado convencionalmente en la técnica para preparar cauchos de silicona RTV-1, que tienen en general uno o más  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxanos con una viscosidad cinemática a 25 °C de 500 a 350 000 mm<sup>2</sup>/s, preferiblemente que contienen al menos un  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano con una viscosidad cinemática a 25 °C de 1000 a 100 000 mm<sup>2</sup>/s, por ejemplo, de 20 000 a 100 000 mm<sup>2</sup>/s. Como se usa en este documento, la expresión "viscosidad cinemática" se mide de acuerdo con la norma DIN 51562, salvo que se especifique de otro modo. Cuanto mayor sea la viscosidad cinemática del poliorganosiloxano terminado en hidroxilo, menor será su contenido de hidroxilo. El  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano habitualmente usado tiene un contenido de hidroxilo en el intervalo de un 0,01 % en peso a un 0,2 % en peso, en función de la masa del  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano.

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (a) se usa habitualmente en una cantidad de un 10 % en peso a un 85 % en peso, por ejemplo, de un 30 % a un 85 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

#### Ingrediente (b)

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (b) sirve como agente reticulante, que puede seleccionarse de diversos agentes reticulantes de alcoxisilano multifuncionales que tienen una funcionalidad  $\geq 3$  que se usan convencionalmente en la técnica para preparar cauchos de silicona RTV-1 de curado alcoxi. Ejemplos de alcoxisilanos multifuncionales adecuados incluyen metiltrimetoxisilano, metiltrietoxisilano, viniltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano, tetrametoxisilano, tetraetoxisilano, feniltrimetoxisilano, feniltrietoxisilano, aunque sin limitarse a los mismos. Para acortar el tiempo de reacción de los grupos silanol en el ingrediente (a), el ingrediente (b) es preferiblemente un alcoxisilano multifuncional que contiene grupo vinilo.

De acuerdo con la presente invención, la cantidad de ingrediente (b) pueden especificarla los expertos en la materia de acuerdo con la formulación de cauchos de silicona RTV-1 de curado alcoxi convencionales, dependiendo de la cantidad de grupos silanol en el ingrediente (a). En general, el ingrediente (b) se usa en una cantidad de un 0,5 % en peso a un 5 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

En algunas realizaciones de la presente invención, el ingrediente (a) se usa en una cantidad de 10 a 85 partes, preferiblemente de 30 a 85 partes, mientras el ingrediente (b) se usa en una cantidad de 0,5 a 5 partes, preferiblemente de 0,5 a 4,5 partes, en función de 100 partes en peso de los materiales de partida totales de la composición de polisiloxano.

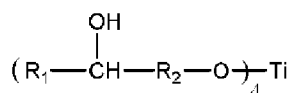
#### Ingrediente (c)

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (c) puede provocar la reacción completa o casi completa de los grupos hidroxilo terminales en el ingrediente (a) para reducir o eliminar el abrupto aumento de la viscosidad o incluso la gelificación del sistema después de la adición del catalizador de organotitanio al ingrediente (a), sin influir en la reticulación de los ingredientes (a) y (b).

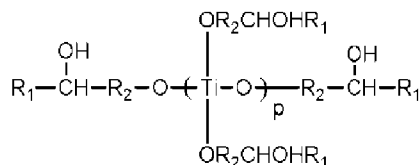
En la fórmula general del compuesto de organotitanio I, n es preferiblemente un número entero arbitrario entre 2 y 4, por ejemplo 2, 3 o 4. R<sub>1</sub> es preferiblemente un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, n-pentilo, isopentilo, t-pentilo, n-hexilo, isohexilo y t-hexilo, en particular preferiblemente un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 2 a 4, por ejemplo, 3 átomos de carbono, tal como n-propilo. R<sub>2</sub> es preferiblemente un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono, tal como -CH<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, -CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-, -CH(CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-, -CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-, -CH(CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, -CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-, -CH(CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-, -CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, en particular preferiblemente un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 3 a 5, por ejemplo, 4 átomos de carbono, tal como -CH(CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-. R<sub>3</sub> es preferiblemente un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, más preferiblemente que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, tal como butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, etc.

En la fórmula general del compuesto de organotitanio II, m es preferiblemente 3 o 4, R<sub>4</sub> es idéntico a R<sub>1</sub>, R<sub>5</sub> es idéntico a R<sub>2</sub>, R<sub>6</sub> es preferiblemente un grupo de hidrocarburo monovalente saturado de 4 a 20 átomos de carbono, más preferiblemente que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, tal como hexilo, heptilo, octilo, etc.

La fórmula estructural del multipolímero de compuesto de organotitanio está determinada por la del compuesto. Por ejemplo, si la fórmula estructural del compuesto I es



la del multipolímero es



donde  $p = 2-10$ .

De acuerdo con la presente invención, la cantidad de ingrediente (c) la determina principalmente la de ingrediente (a). En algunas realizaciones de la presente invención, el ingrediente (a) se usa en una cantidad de 10 a 85 partes, preferiblemente de 30 a 85 partes, mientras el ingrediente (c) se usa en una cantidad de 0,01 a 2 partes, preferiblemente de 0,05 a 1,5 partes, en función de 100 partes en peso de los materiales de partida totales de la composición de polisiloxano. Si la cantidad de ingrediente (c) es menor que el intervalo anterior, los grupos silanol en el ingrediente (a) no pueden consumirse completamente en la reacción, y después de la adición del catalizador de organotitanio al ingrediente (a), la viscosidad del sistema aún aumenta significativamente. Si la cantidad de ingrediente (c) es mayor que el intervalo anterior, se verá afectado el tiempo sin adherencia del producto.

Ingrediente (d)

De acuerdo con la presente invención, el catalizador puede seleccionarse de diversos catalizadores de organotitanio (d1) o catalizadores de organoestaño (d2) convencionalmente usados en la técnica. Ejemplos de catalizadores de organotitanio adecuados incluyen titanato de tetra-n-butilo (Tn-BT), titanato de tetraisobutilo (Ti-BT), titanato de tetra-t-butilo (Tt-BT), titanato de tetraisopropilo (Ti-PT), titanato de tetraisooctilo (TOT), bis(acetilacetato)titanato de diisobutilo (DIBAT), bis(acetilacetato)titanato de diisopropilo (DIPAT), bis(etil acetoacetato)titanato de diisopropilo, bis(etil acetoacetato)titanato de dibutilo, aunque sin limitarse a los mismos. Ejemplos de catalizadores de organoestaño adecuados incluyen dilaurato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, maleato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dioctoato de dibutilestaño, diacetilacetato de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño y óxido de dioctilestaño, aunque sin limitarse a los mismos.

De acuerdo con la presente invención, la cantidad del ingrediente (d) puede especificarla los expertos en la materia de acuerdo con su tipo y la velocidad de curado esperada, en general en el intervalo de un 0,01 % en peso a un 5 % en peso en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

En algunas realizaciones de la presente invención, el ingrediente (c) se usa en una cantidad de 0,01 a 2 partes, preferiblemente de 0,05 a 1,5 partes, mientras el ingrediente (d1) se usa en una cantidad de 0,1 a 5 partes, preferiblemente de 0,5 a 3 partes, en función de 100 partes en peso de los materiales de partida totales de la composición de polisiloxano.

De acuerdo con la presente invención, una composición de polisiloxano que contiene el ingrediente (d) es un producto que cura a temperatura ambiente y puede usarse directamente como sellantes, adhesivos y materiales de recubrimiento para las aplicaciones en los sectores de construcción, electrónico, eléctrico y de automóviles. Cuando el ingrediente (d) no está contenido, la composición es un producto no curable que puede mezclarse con el ingrediente (d) antes de su uso.

Ingrediente (e)

De acuerdo con la presente invención, la composición de polisiloxano puede comprender además un relleno (e) para reforzar y para ajustar la viscosidad. El relleno puede seleccionarse de diversos rellenos usados convencionalmente en la técnica, por ejemplo, el relleno (e1), que contiene sílice de combustión (incluyendo sílice pirógena hidrófoba o hidrófila, y sílice precipitada hidrófoba o hidrófila), y el relleno (e2), que no contiene sílice de combustión, tal como carbonato de calcio (incluyendo carbonato de calcio precipitado, carbonato de calcio molido y carbonato de calcio activado), sílice molida fina, tierra de diatomeas, talco, dióxido de titanio, alúmina, polvo de cuarzo, minerales de arcilla, bentonita y caolín, aunque sin limitarse a los mismos. De acuerdo con la presente invención, el relleno es preferiblemente un que contiene sílice de combustión, o carbonato de calcio.

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (e) se usa en general en una cantidad de menos de un 70 % en peso, por ejemplo, de un 10 % en peso a un 50 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

En algunas realizaciones de la presente invención, el relleno es relleno (e1) usado en una cantidad de un 1 % en peso a un 20 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano. En otras realizaciones de la presente invención, el relleno es relleno (e2) usado en una cantidad de un 10 % en peso a un 60 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

Ingrediente (f)

De acuerdo con la presente invención, la composición de polisiloxano puede comprender además un promotor de la adhesión (f) para mejorar más las propiedades de adhesión. El promotor de la adhesión puede seleccionarse de diversos promotores de la adhesión usados convencionalmente en la técnica, por ejemplo,  $\gamma$ -aminopropiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -aminopropilmetildimetoxisilano, N- $\beta$ -(aminoetil)- $\gamma$ -aminopropiltrimetoxisilano, N- $\beta$ -(aminoetil)- $\gamma$ -aminopropilmetildimetoxisilano, N-fenil- $\gamma$ -aminopropiltrimetoprimoxisilano, N-ciclohexilaminometiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -glicidiloxipropiltrimetoxisilano, mercaptopropiltrimetoxisilano, 2,3-glicidoxipropiltrimetoxisilano,  $\beta$ -(3,4-epoxyciclohexil)-etiltrimetoxisilano, aunque sin limitarse a los mismos.

En algunas realizaciones de la presente invención, el ingrediente (d) es un catalizador de organotitanio (d1) y, para evitar el envenenamiento del catalizador, el promotor de la adhesión es preferiblemente un epoxisilano, estando enumerados ejemplos adecuados en el párrafo previo. En otras realizaciones de la presente invención, el ingrediente (d) es un catalizador de organoestaño (d2) y, para potenciar la adhesión, el promotor de la adhesión es preferiblemente un aminosilano, estando enumerados ejemplos adecuados en el párrafo previo.

De acuerdo con la presente invención, el ingrediente (f) se usa en general en una cantidad de menos de un 3 % en peso, por ejemplo, de un 0,1 % en peso a un 3 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

Otros ingredientes opcionales

La composición de polisiloxano de la presente invención también puede comprender opcionalmente otros auxiliares y aditivos convencionales, tales como diluyentes y plastificantes (por ejemplo, aceites de dimetilsilicona con una viscosidad dinámica de 10 a 5000 mPa·s a 25 °C, y aceites minerales con una viscosidad dinámica de 10 a 100 mPa·s a 25 °C), absorbentes de UV (por ejemplo, absorbentes de UV de éster de ácido salicílico, benzofenona, benzotriazol, acrilonitrilo sustituido y triazina), y estabilizantes de UV (por ejemplo, estabilizantes de luz de amina impedida), aunque sin limitarse a los mismos.

La composición de polisiloxano de la presente invención puede ser un sistema de un componente, más específicamente un sistema de caucho de silicona vulcanizado a temperatura ambiente de un componente (de tipo RTV-1) de curado alcoxi, o un sistema de dos componentes, más especialmente un sistema de caucho de silicona vulcanizado a temperatura ambiente de dos componentes (de tipo RTV-2) de curado alcoxi, donde el ingrediente (d) y el ingrediente (a) no se incorporan en el mismo componente.

En algunas realizaciones, la presente invención también proporciona una composición de polisiloxano que comprende los siguientes ingredientes:

el ingrediente (a) como se describe previamente, y  
el ingrediente (c) como se describe previamente;  
opcionalmente, que comprende además el ingrediente (b) como se describe previamente;  
opcionalmente además, que comprende el ingrediente (d) como se describe previamente;  
opcionalmente además también, que comprende el ingrediente (e), (f) y/u otros ingredientes opcionales como se describe previamente.

El segundo aspecto de la presente invención proporciona un método para preparar la composición de polisiloxano de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención, que comprende:

etapa 1: mezclar los ingredientes (a)-(c) para que reaccionen hasta que los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparezcan sustancialmente;  
y opcionalmente etapa 2: añadir el ingrediente (d) después de que los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparezcan sustancialmente.

Cuando la composición de polisiloxano comprende los ingredientes (e) y (f) y otros auxiliares o aditivos, estos ingredientes pueden añadirse opcionalmente todos juntos, mientras los ingredientes (a)-(c) se están mezclando, o después de que los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparezcan sustancialmente.

Como se usa en este documento, la expresión "los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparecen sustancialmente" significa que los grupos silanol en el ingrediente (a) se convierten casi completamente en otros grupos, y ningún grupo silanol puede detectarse por un método de ensayo común. En un método de ensayo típico, se mezcla titanato de

tetrabutilo (TBT) como reactivo de detección con los productos de reacción de los ingredientes (a)-(c) a una relación apropiada, por ejemplo, 1:50, y se agitan continuamente durante 5-10 minutos para observar si hay un fenómeno de espesamiento en gel. Si no hay espesamiento en gel con agitación continuada, se considera que los grupos silanol en el ingrediente (a) han desaparecido sustancialmente.

El tercer aspecto de la presente invención proporciona un elastómero obtenido al curar los ingredientes (a)-(d) y opcionalmente otros ingredientes como se describe en el primer aspecto de la presente invención.

#### Descripción detallada de las realizaciones preferidas

La invención se ilustra además por los siguientes ejemplos, aunque sin limitarse al alcance de los mismos. Cualquier método experimental sin condiciones especificadas en los siguientes ejemplos se selecciona de acuerdo con los métodos y condiciones convencionales o las especificaciones del producto.

#### Método de inspección

##### 1. Caracterización del cambio de viscosidad durante la preparación

El cambio de viscosidad durante la preparación de la composición de polisiloxano de la presente invención se caracteriza por observar si la viscosidad de la mezcla se eleva significativamente, típicamente por observar si se produce el efecto Weissenberg.

Si no se produce el efecto Weissenberg durante la preparación de la composición de polisiloxano, indica que no hay aumento significativo en la viscosidad; si se produce el efecto Weissenberg, indica un aumento significativo en la viscosidad. Un ejemplo típico de "no producirse el efecto Weissenberg" es que, cuando en un recipiente de reacción con 1/2 - 2/3 del volumen del recipiente llenado con los materiales de partida de la composición de polisiloxano, la reacción tiene lugar mientras se agita a una tasa de 200-1000 r/min con la varilla de agitación insertada por debajo de la superficie líquida inicial, la parte de la varilla de agitación por encima de la superficie líquida inicial tiene siempre menos de un 50 % a lo largo de la dirección axial (medido desde la superficie líquida inicial) adherida por el material, y la pala puede aún agitar el líquido apropiadamente. Un ejemplo típico de "producirse el efecto Weissenberg" es que, cuando en un recipiente de reacción con 1/2 - 2/3 del volumen del recipiente llenado con los materiales de partida de la composición de polisiloxano, la reacción tiene lugar mientras se agita a una tasa de 200-1000 r/min con la varilla de agitación insertada por debajo de la superficie líquida inicial, la parte de la varilla de agitación por encima de la superficie líquida inicial tiene más de un 50 % a lo largo de la dirección axial (medido desde la superficie líquida inicial) adherida por el material, provocando que la pala no pueda agitar apropiadamente el líquido, y en el caso extremo, los materiales de partida se vuelven una masa que se adhiere a y que rota junto con la pala.

Aquí, los ejemplos típicos de "no producirse el efecto Weissenberg" y "producirse el efecto Weissenberg" son específicamente para un sistema de agitación con una varilla. En cuanto a un sistema de agitación sin una varilla, o un sistema de extrusión de tornillo, el método para evaluar el cambio de viscosidad durante la preparación de la composición de polisiloxano puede referirse al sistema de agitación con una varilla como se describe anteriormente.

##### 2. Determinación del tiempo de reacción de grupos silanol

El tiempo de reacción de grupos silanol en la presente invención se refiere al tiempo transcurrido desde el inicio de la mezcla de los ingredientes (a)-(c) hasta la desaparición sustancial de los grupos silanol en el ingrediente (a). El método para determinar si los grupos silanol desaparecen sustancialmente se ha descrito anteriormente.

##### 3. Determinación de tiempo sin adherencia

El tiempo sin adherencia de la composición de polisiloxano en este documento se determina a  $23 \pm 2$  °C y un  $50 \pm 10$  % de humedad relativa.

##### 4. Determinación de la dureza Shore A

La dureza Shore A de la composición de polisiloxano curada (a partir de ahora en este documento denominada "elastómero") de la presente invención se determina de acuerdo con la norma ISO 7619-1:2004 (o norma china GB/T531.1-2008).

##### 5. Medición de fuerza de tracción, alargamiento a rotura y coeficiente al 100 %

La fuerza de tracción, el alargamiento a rotura y el coeficiente al 100 % del elastómero de la presente invención se miden de acuerdo con la norma ISO 37-2011 (o norma china GB/T 528-2009).

#### Ejemplos 1-4: composiciones de polisiloxano

Aquí está la manera de prepararlos:

Los ingredientes de la sustancia A se mezclaron en sus cantidades individuales especificadas en la tabla 1 y se agitaron para posibilitar la reacción. Después de que los grupos silanol en el  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano desaparecieran sustancialmente, se añadió la sustancia B y se mezclaron para obtener el producto.

#### Ejemplos comparativos 1-5:

Los ejemplos comparativos 1-5 se prepararon con el mismo método que en los ejemplos 1-4, excepto que el ejemplo comparativo 1 no contenía sustancia B, el ejemplo comparativo 2 no contenía compuesto de organotitanio 1, el ejemplo comparativo 3 usó TOT en lugar de compuesto de organotitanio 1, y el ejemplo comparativo 4 tenía los ingredientes individuales de la sustancia B y la sustancia A mezclados juntos.

La tabla 1 muestra los ingredientes de los ejemplos y ejemplos comparativos y las cantidades de los mismos. Las cantidades en la tabla 1 están, salvo que se especifique de otro modo, en partes en peso.

Información sobre los ingredientes mencionados en la tabla 1:

WACKER® POLYMER FD 80, un  $\alpha, \omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano, que tiene una viscosidad dinámica de aproximadamente 75 000 mPa s, medida a 23 °C de acuerdo con la norma DIN 53019, suministrado por Wacker Chemicals.

WACKER® OH-POLYMER 1000, un  $\alpha, \omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano, que tiene una viscosidad dinámica de aproximadamente 1000 mPa s, medida a 23 °C de acuerdo con la norma DIN 53019, suministrado por Wacker Chemicals.

WACKER® AK 100, un polidimetilsiloxano, que tiene una viscosidad dinámica de 95-105 mPa s, medida a 25 °C de acuerdo con la norma DIN 53019, suministrado por Wacker Chemicals.

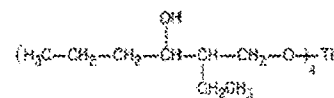
HDK® H15, una sílice pirógena hidrófoba, suministrada por Wacker Chemicals.

PFLEX, un carbonato de calcio precipitado, suministrado por U.S. Specialty Minerals Inc.

GENIOSIL® XL 10, un viniltrimetoxisilano, suministrado por Wacker Chemicals.

GENIOSIL® GF 80, 3-(2,3-epoxipropoxi)propiltrimetoxisilano, suministrado por Wacker Chemicals.

Compuesto de organotitanio 1, siendo la fórmula química



Otros ingredientes y reactivos están todos disponibles en el mercado.

La tabla 2 muestra el cambio de viscosidad y el tiempo de reacción de los grupos silanol durante la preparación de los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos. Como puede observarse a partir de la tabla, no se produjo efecto Weissenberg durante la preparación de las composiciones de polisiloxano de los ejemplos 1-4 y el ejemplo comparativo 5, mientras sí lo hizo durante la preparación de las composiciones de los ejemplos comparativos 1-4. Además, el tiempo requerido fue corto para la reacción entre los grupos silanol de  $\alpha,\omega$ -dihidroxipolidimetilsiloxano y compuesto de organotitanio 1.

La tabla 3 muestra el tiempo sin adherencia de la composición de polisiloxano y los resultados de ensayos de rendimiento para dureza Shore A, fuerza de tracción, alargamiento a rotura y coeficiente al 100 % del elastómero obtenido en el ejemplo 1. Los ejemplos 2-4 tienen resultados equivalentes a los del ejemplo 1. La composición del ejemplo comparativo 1 permaneció sin curar después de 48 horas. Las composiciones de los ejemplos comparativos 2-4 no se ensayaron para las propiedades del producto debido a un aumento aparente en la viscosidad durante la preparación. El tiempo sin adherencia de la composición del ejemplo comparativo 5 se prolongó enormemente, lo que significa que demasiado compuesto de organotitanio 1 afectará a la adherencia en seco y no da lugar a una producción real.

Tabla 1

| Sustancia | Composición                       | Ejemplo 1 | Ejemplo 2 | Ejemplo 3 | Ejemplo 4 | Ejemplo comparativo 1 | Ejemplo comparativo 2 | Ejemplo comparativo 3 | Ejemplo comparativo 4 | Ejemplo comparativo 5 |
|-----------|-----------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| A         | WACKER®<br>POLYMER FD 80          | 50        | 50,35     | 49,5      | 30        | 52                    | 50,5                  | 50                    | 50                    | 47,5                  |
|           | WACKER® OH-<br>POLYMER 1000       | 30        | 30        | 30        | /         | 30                    | 30                    | 30                    | 30                    | 30                    |
|           | WACKER®<br>AK100                  | /         | /         | /         | 15,5      | /                     | /                     | /                     | /                     | /                     |
|           | HDK® H15                          | 13        | 13        | 13        | /         | 13                    | 13                    | 13                    | 13                    | 13                    |
|           | PFFLEX                            | /         | /         | /         | 50        | /                     | /                     | /                     | /                     | /                     |
|           | GENIOSIL® XL<br>10                | 4         | 4         | 4         | 2         | 4                     | 4                     | 4                     | 4                     | 4                     |
|           | GENIOSIL® GF<br>80                | 0,5       | 0,5       | 0,5       | /         | 0,5                   | 0,5                   | 0,5                   | 0,5                   | 0,5                   |
|           | Compuesto de<br>organofosfórico 1 | 0,5       | 0,15      | 1         | 0,5       | 0,5                   | /                     | /                     | 0,5                   | 3                     |
|           | TOT                               | /         | /         | /         | /         | /                     | /                     | 0,5                   | /                     | /                     |
|           | TBT                               | 2         | 2         | 2         | 2         | /                     | 2                     | /                     | 2                     | 2                     |
| B         |                                   |           |           |           |           |                       |                       |                       |                       |                       |

Tabla 2

|                                      | Ejemplo 1                        | Ejemplo 2                        | Ejemplo 3                        | Ejemplo 4                        | Ejemplo comparativo 1         | Ejemplo comparativo 2         | Ejemplo comparativo 3         | Ejemplo comparativo 4         | Ejemplo comparativo 5            |
|--------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|
| Cambio de viscosidad                 | No se produce efecto Weissenberg | No se produce efecto Weissenberg | No se produce efecto Weissenberg | No se produce efecto Weissenberg | Se produce efecto Weissenberg | Se produce efecto Weissenberg | Se produce efecto Weissenberg | Se produce efecto Weissenberg | No se produce efecto Weissenberg |
| Tiempo de reacción de grupos silanol | 45 min                           | 2,5 h                            | 30 min                           | 30 min                           | N/A                           | N/A                           | N/A                           | N/A                           | 20 min                           |

Tabla 3

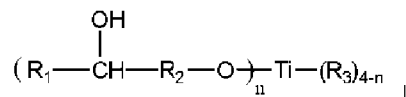
| Indicador                   | Ejemplo 1 |
|-----------------------------|-----------|
| Tiempo sin adherencia (min) | 12        |
| Dureza Shore A              | 28        |
| Fuerza de tracción (MPa)    | 3,34      |
| Alargamiento a rotura (%)   | 389,56    |
| Módulo 100% (MPa)           | 0,63      |

## REIVINDICACIONES

1. Una composición de polisiloxano que comprende los siguientes ingredientes:

- 5 (a) un poliorganosiloxano terminado en hidroxilo;  
 (b) un alcoxisilano multifuncional; y  
 (c) un compuesto de organotitanio que tiene la siguiente fórmula general I o II, o un multipolímero del mismo que tiene un grado de polimerización de 2 a 10,

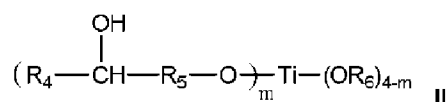
- 10 (i) un compuesto de organotitanio I con la siguiente fórmula general I,



donde n es un número entero arbitrario entre 1 y 4,

- 15 R<sub>1</sub> es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 R<sub>2</sub> es un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 R<sub>3</sub> es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 32 átomos de carbono,  
 en donde los grupos de hidrocarburo incluyen tanto lineales como ramificados;

- 20 (ii) un compuesto de organotitanio II con la siguiente fórmula general II,



donde m es un número entero arbitrario entre 2 y 4,

- 25 R<sub>4</sub> es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 R<sub>5</sub> es un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 1 a 16 átomos de carbono,  
 R<sub>6</sub> es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 4 a 32 átomos de carbono,  
 en donde los grupos de hidrocarburo incluyen tanto lineales como ramificados;

- 30 opcionalmente,

que comprende además un catalizador (d).

- 35 2. La composición de polisiloxano de la reivindicación 1, **caracterizada por que** el ingrediente (a) se usa en una cantidad de un 10 % en peso a un 85 % en peso y el ingrediente (c) de un 0,01 % en peso a un 2 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

- 40 3. La composición de polisiloxano de la reivindicación 1 o 2, **caracterizada por que** el ingrediente (b) se usa en una cantidad de un 0,5 % en peso a un 5 % en peso y el ingrediente (c) de un 0,01 % en peso a un 2 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

- 45 4. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, **caracterizada por que** el ingrediente (a) contiene al menos un poliorganosiloxano terminado en hidroxilo que tiene una viscosidad cinemática a 25 °C que varía de 1000 a 100 000 mm<sup>2</sup>/s.

5. La composición de polisiloxano de la reivindicación 4, **caracterizada por que** el ingrediente (a) se usa en una cantidad de un 50 % en peso a un 85 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

- 50 6. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, **caracterizada por que** el ingrediente (b) es un alcoxisilano multifuncional que contiene grupo vinilo.

- 55 7. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, **caracterizada por que** el compuesto de organotitanio tiene una fórmula general I o II, donde R<sub>1</sub> o R<sub>4</sub> es un grupo de hidrocarburo monovalente saturado que tiene de 2 a 4 átomos de carbono.

8. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, **caracterizada por que** el compuesto de organotitanio tiene una fórmula general I o II, donde R<sub>2</sub> o R<sub>5</sub> es un grupo de hidrocarburo divalente saturado que tiene de 2 a 5 átomos de carbono.

- 60 9. La composición de polisiloxano de la reivindicación 1, **caracterizada por que** el ingrediente (d) se selecciona de un

catalizador de organotitanio (d1) o un catalizador de organoestaño (d2).

5 10. La composición de polisiloxano de la reivindicación 9, **caracterizada por que** el ingrediente (c) se usa en una cantidad de un 0,01 % en peso a un 2 % en peso y el ingrediente (d1) de un 0,1 % en peso a un 5 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

10 11. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, **caracterizada por que** puede comprender además un relleno (e1), que contiene sílice de combustión y se usa en una cantidad de un 1 % en peso a un 20 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

12. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, **caracterizada por que** puede comprender además un relleno (e2), que no contiene sílice de combustión y se usa en una cantidad de un 10 % en peso a un 60 % en peso, en función del peso total de los materiales de partida de la composición de polisiloxano.

15 13. La composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, **caracterizada por que** puede comprender además un promotor de la adhesión (f).

20 14. La composición de polisiloxano de la reivindicación 13, **caracterizada por que** el ingrediente (f) es un epoxisilano, con la condición de que la composición de polisiloxano comprenda un catalizador de organotitanio (d1), o un aminosilano, con la condición de que la composición de polisiloxano comprenda un catalizador de organoestaño (d2).

25 15. Un método para preparar la composición de polisiloxano de una cualquiera de las reivindicaciones 1-14, que comprende:

30 etapa 1: mezclar los ingredientes (a)-(c) para que reaccionen hasta que los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparezcan sustancialmente; y  
opcionalmente, etapa 2: añadir el ingrediente (d) después de que los grupos silanol en el ingrediente (a) desaparezcan sustancialmente.