

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 996 689**

51 Int. Cl.:

C08L 83/07 (2006.01)
C08K 3/34 (2006.01)
C08K 3/36 (2006.01)
C08K 5/3475 (2006.01)
C08L 83/05 (2006.01)
C08L 83/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.07.2018** **PCT/JP2018/027884**
87 Fecha y número de publicación internacional: **14.02.2019** **WO19031245**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.07.2018** **E 18843288 (4)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.10.2024** **EP 3666828**

54 Título: **Composición de silicona curable por adición y caucho de silicona curado**

30 Prioridad:

07.08.2017 JP 2017152347

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.02.2025

73 Titular/es:

SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (100.00%)
6-1, Ohtemachi 2-chome Chiyoda-ku
Tokyo 100-0004, JP

72 Inventor/es:

ASHIDA, RYO;
SHUDO, SHIGEKI y
MIZUSHIMA, HIDENORI

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 996 689 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 silicona curable por adición y caucho de silicona curado

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una composición de silicona curable por adición que tiene una excelente estabilidad durante el almacenamiento y proporciona caucho de silicona curado que tiene una excelente capacidad ignífuga.

Antecedentes de la invención

10 El caucho de silicona se utiliza en diversos campos porque tiene una excelente resistencia al calor, resistencia a la intemperie y características eléctricas. El caucho de silicona es inflamable. Aunque no arde fácilmente al acercarse una llama, sigue ardiendo una vez encendido. Por lo tanto, se han intentado diversos desarrollos para mejorar la capacidad ignífuga del caucho de silicona.

15 Por ejemplo, la bibliografía de patentes 1 mencionada más adelante describe que una composición de caucho de silicona líquida curable por reacción de adición, que contiene polvo de hidróxido de aluminio y polvo de carbonato de zinc, tiene una excelente capacidad de moldearse y proporciona un producto de caucho de silicona moldeado que tiene una excelente capacidad ignífuga y propiedades eléctricas. La bibliografía de patentes 2 describe que una composición de caucho de silicona que contiene negro de carbono e hidróxido de aluminio como material ignífugo proporciona un caucho de silicona que tiene una excelente fluidez, capacidad de moldearse y curabilidad, así como capacidad ignífuga. Sin embargo, la composición de caucho de silicona líquida que contiene un relleno inorgánico básico tal como hidróxido de aluminio y carbonato de zinc tiene el problema de que un grupo hidrosililo del agente reticulante sufre deshidrogenación con el tiempo, lo que da como resultado el espesamiento de la composición de caucho de silicona líquida.

25 La bibliografía de patentes 3 describe un procedimiento para mejorar la capacidad ignífuga mezclando una resina de polisiloxano orgánico, un relleno inorgánico tal como sílice, y un polvo fino de óxido de hierro en una composición de caucho de silicona líquida curable por adición para controlar la pérdida de calor del hidrógeno polisiloxano orgánico. La bibliografía de patentes 4 describe una composición de caucho de silicona curable por adición que comprende un compuesto de tipo triazol y un compuesto de tipo isocianato y proporciona caucho de silicona curado con alta capacidad ignífuga sin perjudicar las propiedades físicas de la silicona base. Sin embargo, estas composiciones de caucho de silicona aún no tienen suficiente capacidad ignífuga.

30 El documento WO2015053412 divulga una composición de silicona curable que comprende un polisiloxano orgánico que tiene al menos dos grupos alqueno enlazados con silicio por molécula, un hidrógeno polisiloxano orgánico que tiene al menos dos átomos de hidrógeno enlazados con silicio por molécula, un compuesto basado en triazol, un catalizador de condensación metálico y un catalizador de hidrosililación. El triazol es típicamente benzotriazol.

35 El documento US2007135538 divulga una composición ignífuga que comprende una resina termoplástica, polvo inorgánico, benzotriazol y una resina de silicona. Bibliografía del estado de la técnica

Bibliografía de patentes

[Bibliografía de patentes 1] Solicitud de patente japonesa disponible No. Hei9(1997)-316335

[Bibliografía de patentes 2] Solicitud de patente japonesa disponible No. 2004-161944

[Bibliografía de patentes 3] Solicitud de patente japonesa disponible No. 2014-040522

40 [Bibliografía de patentes 4] Solicitud de patente japonesa disponible No. 2016-094514

Resumen de la invención

Problemas por resolver gracias a la invención

Por lo tanto, se ha deseado desarrollar una composición de silicona que proporcione caucho de silicona que tenga una excelente capacidad ignífuga y una excelente estabilidad durante el almacenamiento.

45 La presente invención se ha realizado teniendo en cuenta las circunstancias anteriormente mencionadas. Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición de silicona curable por adición que proporcione un caucho de silicona que tenga una excelente capacidad ignífuga y una excelente estabilidad durante el almacenamiento, de modo que no se produzca espesamiento debido a la deshidrogenación con el tiempo.

50 Medios para resolver los problemas

Los presentes inventores llevaron a cabo investigaciones y descubrieron que el caucho de silicona curado que tiene una alta capacidad ignífuga se obtiene añadiendo una combinación de (i) polvo fino de talco que tiene un diámetro medio de 0.1 a 50 μm , determinado según un procedimiento de difracción láser, y (ii) 1,2,3-benzotriazol, o un derivado del mismo, en cantidades de mezcla específicas a una composición de caucho de silicona de curado por adición que comprende un polisiloxano orgánico que tiene un grupo alqueno unido a un átomo de silicio; un hidrógeno polisiloxano orgánico; y un catalizador de hidrosililación.

Cuando sólo se añade el polvo fino de talco o el 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, a una composición de caucho de silicona curable por adición, el efecto de mejora de la capacidad ignífuga es insuficiente y, en particular, no puede obtenerse caucho de silicona que tenga una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94. Sin embargo, se ha encontrado que un caucho de silicona que tiene una excelente capacidad ignífuga, en particular, que tiene una capacidad ignífuga de V-0 de acuerdo con las Normas UL94, se obtiene mezclando la combinación del polvo fino de talco con 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este.

Además, la composición de caucho de silicona tiene una excelente estabilidad durante el almacenamiento.

Es decir, la presente invención proporciona una composición de silicona curable por adición que comprende los siguientes componentes (A) a (E):

(A) 100 partes en masa de un polisiloxano orgánico que tiene dos o más grupos alqueno cada uno unido a un átomo de silicio y que es líquido a 25 grados C,

(B) un hidrógeno polisiloxano orgánico que tiene dos o más átomos de hidrógeno enlazados cada uno a un átomo de silicio en una cantidad tal que el número de átomos de hidrógeno enlazados cada uno a un átomo de silicio en el componente (B) es de 1 a 10 por cada grupo alqueno enlazado a un átomo de silicio en el componente (A),

(C) un catalizador de metal del grupo del platino en una cantidad catalítica,

(D) de 10 a 100 partes en masa de polvo fino de talco con un diámetro medio de 0.1 a 50 μm , determinado según un procedimiento de difracción láser, y

(E) 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, en una cantidad de 2 a 500 moles por mol del átomo de metal del grupo del platino del componente (C). La presente invención proporciona además caucho de silicona obtenido mediante el curado de la citada composición de silicona curable por adición.

Efectos de la invención

La presente composición de silicona es curable para proporcionar caucho de silicona que tiene una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94. La composición de silicona muestra menos espesamiento con el tiempo y por lo tanto, tiene una alta estabilidad durante el almacenamiento.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se describirá a continuación en detalle.

[(A) Polisiloxano orgánico]

El componente (A) es un polisiloxano orgánico en estado líquido a 25 grados C y tiene dos o más grupos alqueno cada uno unido a un átomo de silicio en una molécula. El componente (A) puede tener, por ejemplo, una estructura lineal, cíclica o ramificada, y es preferentemente un polisiloxano diorgánico lineal en el que la cadena principal consiste básicamente en unidades siloxano diorgánico repetidas y ambos extremos de la cadena molecular están bloqueados por un grupo triorganosiloxi. Es preferible que el polisiloxano orgánico no incluya una estructura de red tridimensional (tipo resina). Cuando el polisiloxano orgánico es lineal o ramificado, uno o ambos grupos alqueno pueden unirse en el polisiloxano orgánico a un átomo de silicio en el extremo de la cadena molecular para formar un grupo triorganosiloxi (unidades M) o a un átomo de silicio en el centro de la cadena molecular para formar una unidad bifuncional de siloxano diorgánico (unidades D) o una unidad trifuncional de monoorganosilsesquioxano (unidades T).

El componente (A) puede ser cualquier polisiloxano orgánico conocido, y particularmente preferido es un polisiloxano diorgánico lineal que tiene grupos alqueno cada uno unido a los átomos de silicio al menos en ambos extremos de la cadena molecular.

Ejemplos del grupo alqueno incluyen aquellos que tienen de 2 a 8 átomos de carbono, preferiblemente de 2 a 4 átomos de carbono, tales como un grupo vinilo, alilo, propenilo, butenilo, pentenilo, hexenilo, ciclohexenilo y heptenilo. Un grupo vinilo es particularmente preferible. El número del grupo alqueno en el componente (A) es preferiblemente de 0.001 a 10 %, particularmente preferible alrededor de 0.01 a 5 %, basado en el número total del grupo de hidrocarburo monovalente cada uno unido a un átomo de silicio.

Los ejemplos del grupo orgánico monovalente, distinto de un grupo alqueno, unido a un átomo de silicio del polisiloxano orgánico incluyen grupos de hidrocarburo monovalentes que tienen de 1 a 12 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono. Los ejemplos incluyen grupos alquilo tales como un grupo metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, ciclohexilo y heptilo; grupos arilo tales como un grupo fenilo, toliilo, xililo y naftilo; y grupos aralquilo tales como un grupo bencilo y fenetilo. En particular, se prefiere un grupo metilo.

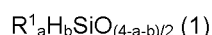
La viscosidad del componente (A) a 25 grados C se encuentra preferiblemente en el intervalo de 100 a 500,000 mPa·s, en particular en el intervalo de 1,000 a 200,000 mPa·s. Cuando la viscosidad está dentro de este intervalo, la manipulación de la composición y las propiedades mecánicas del caucho de silicona curado son buenas. La viscosidad del componente (A) se determina mediante un viscosímetro rotacional de acuerdo con las Normas Industriales Japonesas (JIS) K 7117-1:1999.

Ejemplos del polisiloxano orgánico antes mencionado incluyen: un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un polisiloxano de metilvinilo cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano/metilfenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un polisiloxano de dimetilo cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilvinilsiloxi, un polisiloxano de metilvinilo cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilvinilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilvinilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano/metilfenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilvinilsiloxi, un dimetilpolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo divinilmetilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo divinilmetilsiloxi, un dimetilpolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trivinilsiloxi y un copolímero de dimetilsiloxano/metilvinilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trivinilsiloxi. Dos o más de estos polisiloxanos orgánicos pueden utilizarse en combinación.

[(B) Hidrógeno polisiloxano orgánico]

El componente (B) es un hidrógeno polisiloxano orgánico que tiene al menos dos átomos de hidrógeno cada uno unido a un átomo de silicio (grupo SiH) en una molécula. Este es reactivo con un grupo alqueno en el componente (A) para provocar la hidrosilación y funciona como agente de reticulación (agente de curado). El hidrógeno polisiloxano orgánico puede ser cualquier compuesto conocido y, preferiblemente, no tener prácticamente ningún grupo hidroxilo unido a un átomo de silicio (es decir, grupo silanol) en la molécula. El hidrógeno polisiloxano orgánico puede utilizarse solo o en combinación de dos o más tipos. En la presente invención, el término "grupo SiH" se refiere a un grupo hidrosililo.

El hidrógeno polisiloxano orgánico puede ser un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) promedio de composición.



En la fórmula (1), R^1 es, independientemente el uno del otro, un grupo de hidrocarburo monovalente no sustituido o sustituido, que preferentemente tiene de 1 a 10 átomos de carbono, siempre que no tiene un enlace alifático insaturado, como un grupo alqueno. Entre los ejemplos de grupos de hidrocarburo monovalentes no sustituidos o sustituidos se incluyen grupos alquilo, como un grupo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc-butilo, pentilo, neopentilo, hexilo, ciclohexilo, octilo, nonilo y decilo; grupos arilo, como un grupo fenilo, toliilo, xililo y naftilo, y grupos aralquilo, como un grupo bencilo, feniletilo y fenilpropilo. Entre estos es preferible un grupo alquilo o un grupo arilo, y un grupo metilo es aún más preferible. Además, a es un número positivo de 0.7 a 2.1, b es un número positivo de 0.001 a 1.0, y a+b es un número de 0.8 a 3.0. Preferiblemente, a es un número positivo de 1.0 a 2.0, b es un número positivo de 0.01 a 1.0, y a+b es un número en el intervalo de 1.5 a 2.5.

El hidrógeno polisiloxano orgánico tiene al menos dos (normalmente de 2 a 200), preferiblemente tres o más (por ejemplo, de 3 a 100), más preferiblemente de 4 a 50, grupos SiH por molécula. Los grupos SiH pueden estar situados al final de la cadena molecular o en el medio de la cadena molecular, o pueden estar situados en ambos. La estructura molecular del hidrógeno polisiloxano orgánico puede ser lineal, cíclica, ramificada o en red tridimensional. El número de átomos de silicio en una molécula, o el grado de polimerización, suele ser de 2 a 300, preferiblemente de 3 a 150, más preferiblemente de 4 a 100. Por ejemplo, el grado de polimerización se determina como el grado promedio numérico de polimerización (peso molecular promedio numérico) mediante análisis de cromatografía de permeación en gel (GPC) utilizando tolueno como disolvente de revelado y reducido a poliestireno.

La viscosidad del componente (B) a 25 grados C suele ser de 0.1 a 1,000 mPa·s, preferentemente de 0.5 a 500 mPa·s. El componente (B) es preferiblemente líquido a 25 grados C. La viscosidad se determina mediante un viscosímetro rotativo según JIS K 7117-1:1999.

Ejemplos del hidrógeno polisiloxano orgánico incluyen 1,1,3,3-tetrametildisiloxano, 1,3,5,7-tetrametilciclosiloxano, tris(hidrógenodimetilsiloxi)metilsilano, tris(hidrógenodimetilsiloxi)fenilsilano, metilhidrógenociclopolisiloxano, copolímero cíclico de metilhidrógenosiloxano/dimetilsiloxano, un metilhidrógenopolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilhidrógenosiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilhidrógenosiloxano/metilfenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilhidrógenosiloxano/difenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo trimetilsiloxi, un metilhidrógenopolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, un dimetilpolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilhidrógenosiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/metilfenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, un copolímero de dimetilsiloxano/difenilsiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, un metilfenilpolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi, y un difenilpolisiloxano cuyos dos terminales están bloqueados con un grupo dimetilhidrógenosiloxi; y aquellos en los que algunos o todos los grupos metilo de los compuestos antes mencionados están sustituidos con otros grupos alquilo, como un grupo etilo y un grupo propilo; copolímeros de siloxano orgánico compuestos por una unidad de siloxano representada por $R^2_3SiO_{1/2}$, una unidad de siloxano representada por $R^2_2HSiO_{1/2}$ y una unidad de siloxano representada por $SiO_{4/2}$; copolímeros de siloxano orgánico compuestos por una unidad de siloxano representada por $R^2_2HSiO_{1/2}$ y una unidad de siloxano representada por $SiO_{4/2}$; y copolímeros de siloxano orgánico compuestos por una unidad de siloxano representada por $R^2HSiO_{2/2}$ y una unidad de siloxano representada por $R^2SiO_{3/2}$ o una unidad de siloxano representada por $HSiO_{3/2}$, en las que R^2 es un grupo de hidrocarburo monovalente distinto de un grupo alqueno y un grupo como los definidos anteriormente para R^1 . Pueden usarse en combinación dos o más de estos hidrógeno - polisiloxanos orgánicos.

La cantidad de componente (B) es tal que la relación entre el número de átomos de hidrógeno unidos al átomo de silicio en el componente (B) y el número de grupos alqueno unidos al átomo de silicio en el componente (A) está en el intervalo de 1 a 10, preferiblemente de 1.5 a 5. Si la cantidad de componente (B) es inferior al límite inferior antes mencionado, la composición puede no curar suficientemente. Si la cantidad excede el límite superior antes mencionado, la resistencia al calor del caucho de silicona curado puede deteriorarse extremadamente.

[(C) Catalizador de metal del grupo del platino]

El catalizador de metal del grupo del platino puede ser uno convencional. Los ejemplos incluyen catalizadores de platino, catalizadores de paladio y catalizadores de rutenio. Entre ellos son preferibles los catalizadores basados en platino, como el negro de platino, el cloruro de platino (II), el ácido cloroplatínico, los complejos de ácido cloroplatínico y un alcohol monohídrico, los complejos de ácido cloroplatínico y olefinas, y el bisacetoacetato de platino. La cantidad del catalizador de metal del grupo del platino puede ser una cantidad catalítica eficaz para promover la reacción de adición de los componentes (A) y (B). Generalmente, la cantidad del catalizador es de aproximadamente 1 a 1,000 ppm en masa como metal del grupo del platino, particularmente de aproximadamente 1 a 500 ppm en masa, basado en la masa total de los componentes (A) y (B). Una cantidad excesivamente pequeña del catalizador provoca una disminución de la curabilidad, y una cantidad excesivamente grande del catalizador es económicamente desventajosa.

[(D) Polvo fino de talco]

El polvo fino de talco es un polvo inorgánico conocido como agente de mejora de la resistencia al calor (relleno no reforzante). Si sólo se mezcla polvo fino de talco en una composición de silicona de curado por adición, el efecto de mejora de la capacidad ignífuga no se alcanza suficientemente, por lo que no puede obtenerse un caucho de silicona que tiene una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94. En contraste, cuando el polvo fino de talco se mezcla en combinación con (E) 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este como se describe más adelante, el caucho de silicona tiene una excelente capacidad ignífuga (en particular, una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94). Además, la composición no causa espesamiento debido a la deshidrogenación con el tiempo y es, por tanto, excelente en estabilidad durante el almacenamiento. El diámetro mediano del polvo fino de talco, determinado por un procedimiento de difracción láser, es de 0.1 a 50 μm , preferentemente de 5 a 40 μm . Si el diámetro mediano es mayor que el límite superior mencionado, las propiedades mecánicas de la composición de silicona pueden ser menores. Si el diámetro mediano es menor que el límite inferior mencionado, la viscosidad de la composición de silicona puede ser mayor, por lo que la trabajabilidad puede deteriorarse. El polvo fino de talco que tiene el diámetro mediano antes mencionado puede utilizarse solo, o pueden utilizarse dos o más polvos finos de talco en combinación.

El polvo fino de talco antes mencionado puede ser uno que no está tratado superficialmente, pero preferiblemente está tratado superficialmente con un compuesto orgánico de silicio que se describirá más adelante. El polvo fino de talco tratado superficialmente con el compuesto orgánico de silicio tiene una afinidad

mejorada con la resina de silicona para reducir la viscosidad de la composición, de modo que el manejo es más fácil.

La manera de tratar la superficie del polvo fino de talco no está particularmente limitada. Por ejemplo, el polvo fino de talco sin tratar y el compuesto orgánico de silicio se colocan en un aparato de amasado mecánico sellado a presión atmosférica o en un lecho fluidizado, y se mezclan a temperatura ambiente (25 grados C) o bajo calentamiento, si es necesario, en presencia de un gas inerte. Opcionalmente puede utilizarse agua o un catalizador como acelerador de la hidrólisis para acelerar el tratamiento superficial. Tras el mezclado, la mezcla se seca para obtener polvo fino de talco tratado en superficie. La cantidad del compuesto orgánico de silicio puede ser una cantidad calculada a partir del área a recubrir por el agente de tratamiento superficial o más. Generalmente, la cantidad del compuesto orgánico de silicio puede ser de 0.1 a 20 partes en masa, preferentemente de 0.1 a 15 partes en masa, más preferentemente de 0.1 a 10 partes en masa, en relación con 100 partes en masa del polvo fino de talco antes del tratamiento.

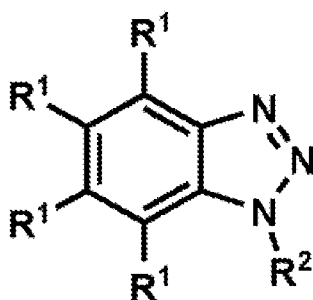
Los ejemplos del compuesto orgánico de silicio incluyen silazanos tales como hexametildisilazano y 1,1,3,3,5,5-hexametilciclotrisilazano; alcoxisilanos como metiltrimetoxisilano, etiltrimetoxisilano, propiltrimetoxisilano, butiltrimetoxisilano, dimetildimetoxisilano, dietildimetoxisilano, viniltriethoxisilano, viniltrimetoxisilano, trimetilmetoxisilano, trietilmetoxisilano, viniltris(metoxietoxi)silano y cloropropiltrimetoxisilano; clorosilanos, como trimetilclorosilano y dimetildiclorosilano; agentes de acoplamiento de silano, como trimetilsilanol e hidroxipentametildisiloxano; polimetilsiloxano; y hidrógeno polisiloxano orgánicos. Sin embargo, es preferible que el compuesto orgánico de silicio sea diferente de los componentes (A) y (B) antes mencionados.

La cantidad de componente (D) es de 10 a 100 partes en masa, preferiblemente de 20 a 90 partes en masa, más preferiblemente de 30 a 80 partes en masa, en relación con 100 partes en masa de componente (A). Si la cantidad de componente (D) es inferior al límite inferior antes mencionado, no puede obtenerse un efecto suficiente de mejora de la capacidad ignífuga. Si la cantidad es superior al límite superior antes mencionado, la viscosidad de la composición de silicona es mayor y la trabajabilidad se deteriora.

[(E)1,2,3-Benzotriazol o un derivado de este].

El componente (E) es 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, y actúa como material de mejora de la capacidad ignífuga. Aunque no es posible impartir una capacidad ignífuga adecuada al caucho de silicona incorporando únicamente 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, en una composición de silicona curable por adición, es posible preparar caucho de silicona que tiene una excelente capacidad ignífuga, es decir, una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94, incorporando el componente (E) en combinación con el polvo fino de talco (D) descrito anteriormente. En la presente invención, un derivado del 1,2,3-benzotriazol es un compuesto en el que un átomo de hidrógeno unido a un átomo de carbono o nitrógeno en el 1,2,3-benzotriazol se sustituye por un grupo orgánico monovalente; un compuesto en el que un grupo de hidrocarburo monovalente sustituido o no sustituido se une a al menos un átomo de carbono del 1,2,3-benzotriazol; o un compuesto en el que un grupo de hidrocarburo monovalente sustituido o no sustituido, un grupo alcoxisililalquilo o un grupo organosiloxisililalquilo está enlazado a un átomo de nitrógeno del 1,2,3-benzotriazol a través de un grupo carbonilo, un enlace amida o un enlace de éster.

El 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, está representado preferentemente por la siguiente fórmula (2).

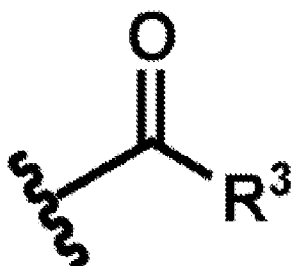


(2)

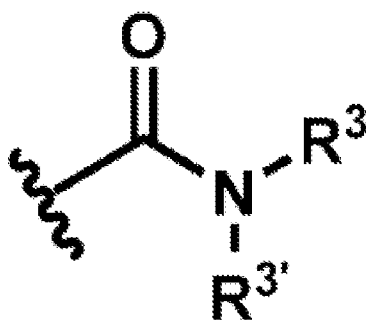
En la fórmula (2), R¹ es, independientemente el uno del otro, un átomo de hidrógeno o un grupo de hidrocarburo monovalente sustituido o no sustituido que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 6 átomos de carbono. Entre los ejemplos de grupos de hidrocarburo monovalentes se incluyen grupos alquilo tales como un grupo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc-butilo, pentilo, neopentilo, hexilo y ciclohexilo, y aquellos en los que una parte o la totalidad de los átomos de hidrógeno están sustituidos por un átomo de halógeno como flúor, bromo y cloro o un grupo ciano, por ejemplo, un grupo clorometilo, un grupo cloropropilo, un grupo bromoetilo, un grupo trifluoropropilo y un grupo cianoetilo. Entre estos, R¹ es preferentemente un átomo de hidrógeno y, particularmente, todos los R¹ son un átomo de hidrógeno.

R^2 es un átomo de hidrógeno o un grupo de hidrocarburo monovalente sustituido o no sustituido que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 14 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 10 átomos de carbono, que puede tener un heteroátomo, y puede tener un grupo alcoxisililo o un grupo organosiloxisililo en el terminal. Ejemplos del grupo de hidrocarburo monovalente incluyen un grupo alquilo como un grupo metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, terc-butilo, pentilo, neopentilo, hexilo y ciclohexilo, y aquellos en los que una parte o la totalidad de los átomos de hidrógeno de estos grupos están sustituidos por un átomo de halógeno como flúor, bromo y cloro o un grupo ciano, por ejemplo, un grupo clorometilo, un grupo cloropropilo, un grupo bromoetilo, un grupo trifluoropropilo y un grupo cianoetilo. Ejemplos del grupo que tiene un heteroátomo incluyen un radical que tiene un enlace de éter o un grupo carbonilo. Además, los ejemplos del grupo que tiene un heteroátomo incluyen un grupo de hidrocarburo monovalente que tiene un grupo ceto, un grupo amida y un grupo carboxi. Por ejemplo, se incluyen compuestos en los que un grupo de hidrocarburo monovalente está unido a un átomo de nitrógeno del benzotriazol a través de un grupo ceto, un grupo amida o un grupo carboxi. Los ejemplos del compuesto que tiene un grupo alcoxisililo o un grupo organosiloxisililo en el terminal incluyen compuestos en los que un grupo alcoxisilalquilo o un grupo organosiloxisilalquilo está unido a un átomo de nitrógeno del benzotriazol a través de un grupo ceto, un grupo amida o un grupo carboxi.

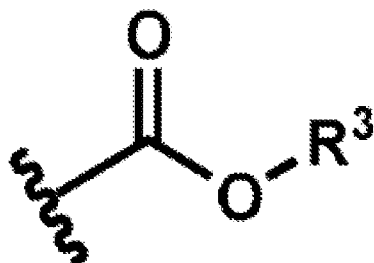
Por ejemplo, el grupo que tiene un grupo ceto, un grupo amida o un grupo carboxi está representado por las siguientes fórmulas (3), (4) o (5).



(3)



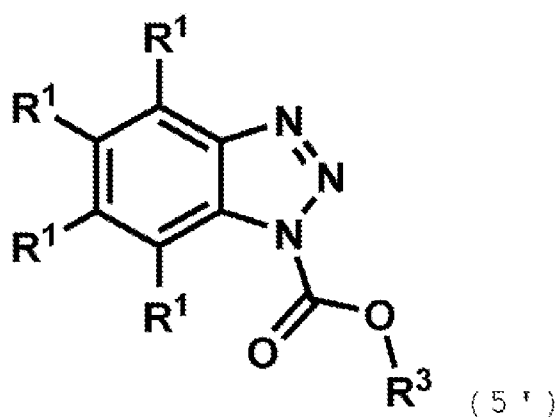
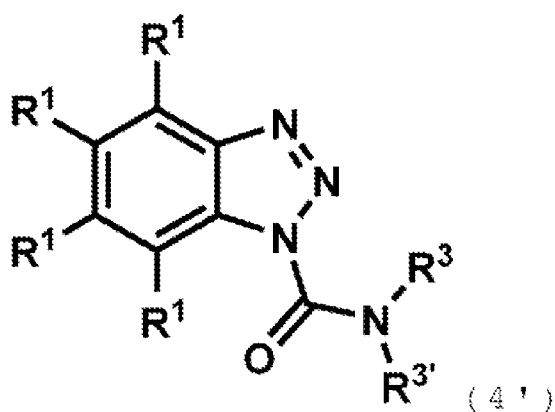
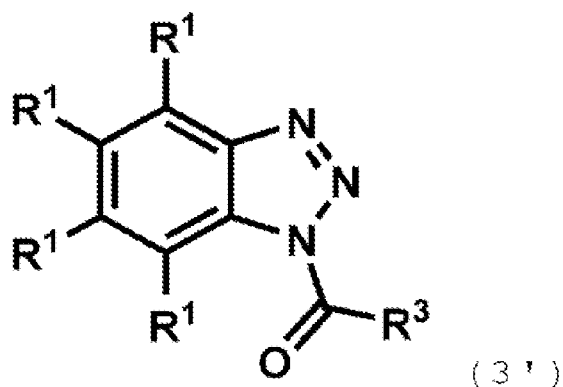
(4)



(5)

En las fórmulas (3) a (5), R^3 y $R^{3'}$ son, independientemente entre sí, un átomo de hidrógeno, un grupo de hidrocarburo monovalente, tal como un grupo alquilo, que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, o $-(CH_2)_p-Si(OR^4)_3$. R^4 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo $Si(R^5)_3$, R^5 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 3 átomos de carbono. R^4 es preferiblemente un grupo metilo. p es un número entero de 1 a 6, preferiblemente un número entero de 1 a 3. Los ejemplos del grupo de hidrocarburo monovalente incluyen los descritos anteriormente.

El derivado de benzotriazol que tiene el grupo representado por la fórmula anterior (3), (4) o (5) está representado por las siguientes fórmulas (3'), (4') o (5').

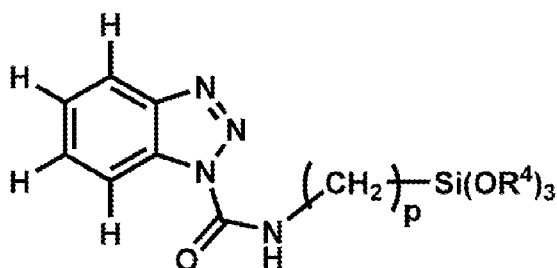


5

En las fórmulas anteriores, R¹, R³ y R³' son como se han definido anteriormente. Además, preferiblemente, todos los R¹ son un átomo de hidrógeno. R³ es preferiblemente $-(CH_2)_p-Si(OR^4)_3$. Preferiblemente, R³' es un átomo de hidrógeno. R⁴ y p son como se han definido anteriormente. Preferiblemente, R⁴ es un grupo metilo y p es un número entero de 1 a 3.

10

El componente (E) es particularmente preferible 1,2,3-benzotriazol en el que tanto R¹ como R² en la fórmula (2) son un átomo de hidrógeno, o derivados de benzotriazol representados por cualquiera de las fórmulas (3') a (5'). Como derivado de benzotriazol, es más preferible un compuesto representado por la siguiente fórmula.



En la fórmula, R^4 y p son como se han definido anteriormente. Preferiblemente, R^4 es un grupo metilo. p es un número entero de 1 a 3, preferiblemente 3.

La cantidad de componente (E) es de 2 a 500 mol, preferentemente de 2.5 a 300 mol, más preferentemente de 3 a 200 mol, y particularmente de 4 a 100 mol, por mol de átomos de metal del grupo del platino del componente (C). Si la cantidad del componente (E) es inferior al límite inferior mencionado, no puede obtenerse un efecto suficiente de mejora de la capacidad ignífuga. Si la cantidad supera el límite superior mencionado, es posible que la composición no cure.

[(F) Relleno de refuerzo]

La composición de silicona de la presente invención contiene preferiblemente además (F) relleno de refuerzo. Como relleno de refuerzo es preferible el polvo fino de sílice de refuerzo. Puede usarse cualquier polvo fino de sílice de refuerzo convencional, como los usados como agente de refuerzo para caucho en composiciones convencionales para ser curadas en caucho de silicona. El tipo de sílice no está particularmente limitado. El polvo fino de sílice de refuerzo tiene preferentemente un área de superficie BET específica de 50 m²/g o más. En particular son adecuadas: la sílice precipitada (sílice húmeda), la sílice pirogénica (sílice seca) y la sílice calcinada que tienen un área de superficie BET específica de 50 a 400 m²/g, preferiblemente de 100 a 350 m²/g. Se prefiere especialmente la sílice pirogénica para mejorar la resistencia del caucho. El polvo fino de sílice de refuerzo puede tratarse de modo hidrófugo con un agente de tratamiento superficial, como un compuesto orgánico de silicio. Entre los ejemplos de compuestos orgánicos de silicio se incluyen el clorosilano, el alcoxisilano y los compuestos organosilazanos que son generalmente hidrolizables. En el tratamiento de superficie, el polvo fino de sílice en estado de polvo puede someterse a tratamiento hidrófobo con un agente de tratamiento de superficie antes de mezclarse con la resina, o el agente de tratamiento de superficie puede añadirse al mezclar el polisiloxano orgánico (A) que contiene grupo alquénilo con el polvo fino de sílice, para preparar el polvo fino de sílice tratado de modo hidrófugo.

Un procedimiento para el tratamiento de la superficie puede ser cualquier procedimiento conocido. Por ejemplo, el polvo fino de sílice no tratado y el agente de tratamiento de superficie se colocan en un aparato de amasado mecánico sellado a presión atmosférica o en un lecho fluidizado y se mezclan a temperatura ambiente o bajo calentamiento, si es necesario, en presencia de un gas inerte. Opcionalmente, puede utilizarse un catalizador, como acelerador de la hidrólisis, para acelerar el tratamiento superficial. Tras la mezcla, el material mezclado se seca para obtener el polvo fino de sílice tratado superficialmente. La cantidad del agente de tratamiento puede calcularse a partir del área que se va a recubrir por el agente de tratamiento o más.

Ejemplos del agente de tratamiento superficial son los descritos anteriormente para el agente de tratamiento superficial del polvo fino de talco (D). Los silazanos son particularmente preferibles como agente de tratamiento superficial.

La cantidad del componente (F) es de 1 a 100 partes en masa, preferiblemente de 5 a 60 partes en masa, más preferiblemente de 10 a 60 partes en masa, en relación con 100 partes en masa del componente (A). Si la cantidad es inferior al límite inferior antes mencionado, no puede obtenerse un efecto de refuerzo suficiente. Si la cantidad supera el límite superior mencionado, la viscosidad de la composición de silicona es demasiado alta y, por lo tanto, se deteriora la trabajabilidad y la procesabilidad.

La composición de silicona de la presente invención puede comprender además otros componentes opcionales además de los componentes (A) a (F), siempre que no se obstaculice el propósito de la presente invención. Pueden utilizarse uno o más de los otros componentes. Por ejemplo, pueden utilizarse materiales que mejoren la capacidad ignífuga distintos de los componentes (D) y (E), tales como negro de carbón, dióxido de titanio y óxido de hierro. La cantidad del material de mejora de la capacidad ignífuga distinto de los componentes (D) y (E) es preferentemente de 0 a 10 partes en masa, especialmente de 0.1 a 5 partes en masa, en relación con 100 partes en masa del componente (A).

Además, puede mezclarse, por ejemplo, un polisiloxano orgánico que tiene un átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de silicio en una molécula y que no tiene ningún otro grupo funcional, un polisiloxano orgánico que tiene un grupo alquénilo enlazado a un átomo de silicio en una molécula y que no tiene ningún otro grupo

funcional, un polisiloxano orgánico no funcional que no tiene ningún átomo de hidrógeno enlazado a un átomo de silicio, ningún grupo alqueno enlazado a un átomo de silicio y ningún otro grupo funcional, es decir, el denominado aceite de dimetilsilicona, un disolvente orgánico, un inhibidor del endurecimiento por fluencia, un plastificante, un agente tixotrópico, un pigmento, un colorante y un fungicida. La cantidad de los aditivos mencionados puede ajustarse adecuadamente, siempre que no se vean afectados los efectos de la presente invención.

El procedimiento para preparar la presente composición de silicona curable por adición no está particularmente limitado. Preferiblemente, los componentes se almacenan como dos líquidos separados de modo que no procede el curado. Los dos líquidos separados se mezclan en el momento del uso (inmediatamente antes del curado) para permitir el curado. En este caso, los componentes (B) y (C) se separan preferiblemente entre sí, porque la reticulación puede proceder, incluso a temperatura ambiente, y la composición puede espesarse o gelificarse si los componentes (A), (B) y (C) se almacenan en un líquido. Por ejemplo, una parte del componente (A), una parte del componente (D), el componente (C) y, opcionalmente, el componente (F) se mezclan y almacenan como material A. La parte restante del componente (A), el componente (B), la parte restante del componente (D), el componente (E) y, opcionalmente, el componente (F) se mezclan y almacenan como material B. El material A y el material B se mezclan inmediatamente antes del curado. Es preferible incorporar un agente de control de la reacción, como alcohol acetilénico, en el material B. El agente de control de la reacción retrasa el curado, de modo que es posible asegurar un tiempo para mezclar los materiales A y B y un tiempo para el moldeo. La composición de silicona de la presente invención es líquida a 25 grados C. Preferentemente, la composición de silicona tiene una viscosidad de 1,000 mPa·s a 5,000,000 mPa·s a 25 grados C. Cuando la composición de silicona comprende el componente (F), la viscosidad a 25 grados C es de 10,000 mPa·s a 10,000,000 mPa·s. La viscosidad se determina, por ejemplo, mediante un dispositivo de medición de viscosidad-viscoelasticidad (HAKKE MARS40, ex Thermo Fisher Scientific Co., Ltd.).

El procedimiento para moldear y el procedimiento para curar la composición de silicona curable por adición no están particularmente limitados, y pueden ser cualquier procedimiento convencional. El moldeo puede realizarse con un recurso óptimo adecuado para el propósito, como moldeo por inyección, moldeo por transferencia, moldeo por vertido y moldeo por compresión. Las condiciones de curado pueden ser el calentamiento entre 80 y 230 grados C, preferiblemente entre 100 y 180 grados C. El tiempo de calentamiento es preferiblemente de unos 30 segundos a 3 horas, particularmente de 1 minuto a 1 hora. Además, si es necesario, puede realizarse una vulcanización secundaria (post-curado) entre 40 y 230 grados C durante 10 minutos a 24 horas. El grosor del caucho de silicona curado no está particularmente limitado, pero es preferiblemente de 0.5 a 10 mm, particularmente de 1 a 6 mm.

El caucho de silicona curado que tiene el grosor antes mencionado muestra una capacidad ignífuga particularmente excelente. En particular, un caucho de silicona curado que tiene un grosor de 0.5 mm o más, preferiblemente 1 mm o más, muestra una capacidad ignífuga de V-0 en una prueba de capacidad ignífuga según las normas UL94. En la prueba de capacidad ignífuga según las normas UL94, por ejemplo, se utiliza como pieza de prueba una tira de caucho de silicona curado de 1 mm de grosor. Se aplica una llama de quemador al extremo inferior de la pieza de prueba apoyada verticalmente para permitir que el caucho de silicona arda. La capacidad ignífuga se evalúa mediante la velocidad de avance de la combustión (denominada ensayo de combustión vertical). La capacidad ignífuga de V-0 significa que se aplica dos veces la llama de un quemador; la combustión con llama continúa durante un máximo de 10 segundos después de que el quemador se aleja tanto en el primer contacto con la llama como en el segundo; el total del tiempo de combustión con llama y el tiempo de combustión sin llama en el segundo contacto con la llama es de un máximo de 30 segundos; y el total del tiempo de combustión con llama de las cinco piezas de ensayo es de un máximo de 50 segundos.

La composición de silicona de la presente invención es excelente en estabilidad durante el almacenamiento y proporciona caucho de silicona curado que tiene una excelente capacidad ignífuga, de modo que la composición de silicona es útil para aparatos eléctricos, piezas terminales de cables y materiales para automóviles, que requieren capacidad ignífuga.

Ejemplos

La presente invención se explicará a continuación en más detalle con referencia a una serie de Ejemplos y Ejemplos comparativos, aunque la presente invención no está limitada en modo alguno por estos Ejemplos.

En la siguiente descripción, el término "parte" se refiere a "parte en masa". Por grado promedio de polimerización se entiende un grado promedio numérico de polimerización que se determina mediante cromatografía de permeación en gel, es decir, GPC, con tolueno como disolvente de revelado, y reducido a poliestireno.

Los componentes (A) a (D) utilizados en los siguientes Ejemplos y Ejemplos comparativos son los siguientes.

(A) Polisiloxano orgánico en estado líquido a 25 grados C.

(A1) Dimetilpolisiloxano que tiene ambos extremos bloqueados por un grupo vinildimetilsiloxi, y que tiene una viscosidad de 30,000 mPa·s a 25 grados C.

(A2) Dimetil/vinilmetilpolisiloxano que tiene una viscosidad de 700 mPa·s a 25 grados C y representado por la siguiente fórmula: $\text{Me}_3\text{SiO}-[\text{ViMeSiO}]_n-[\text{Me}_2\text{SiO}]_m-\text{SiMe}_3$

- 5 en la que Me es un grupo metilo, Vi es un grupo vinilo, n y m satisfacen la ecuación, $n/m=5/95$ (% molar), y las unidades de siloxano entre paréntesis no están necesariamente enlazadas en el orden descrito anteriormente.

(B) Hidrógeno polisiloxano orgánico

- 10 Metil-hidrógenopolisiloxano que tiene ambos extremos bloqueados por un grupo trimetilsiloxi y que tiene grupos SiH en las cadenas laterales, es decir, un copolímero de dimetilsiloxano/metil-hidrógeno-siloxano que tiene ambos terminales bloqueados por un grupo trimetilsiloxi y que tiene un grado de polimerización promedio de 40, una viscosidad de 18 mPa·s y un contenido de grupo SiH de 0.0074 mol/g.

(C) Catalizador de platino

Una solución de un complejo de platino y 1,3-divinil-1,1,3,3-tetrametildisiloxano en tolueno, que contiene 1 % en peso de átomos de platino.

- 15 (D) Polvo fino de talco

(D1) Polvo fino de talco que tiene un diámetro medio de 30 μm , ex Nippon Talc Corporation, nombre comercial, PAOG-R.

(D2) Polvo fino de talco tratado en superficie preparado como sigue.

- 20 Se introdujeron 100 partes del polvo fino de talco PAOG-R en un mezclador Henschel y se agitaron, a las que se rociaron con agitación 5 partes de metiltrimetoxisilano, nombre comercial, KBM-13, ex Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., y, a continuación, el polvo se sometió a un tratamiento térmico a 150 grados C durante 2 horas para obtener talco tratado en superficie (D2).

[Ejemplo 1]

(Preparación del material A)

- 25 Se mezclaron y agitaron durante 15 minutos 100 partes de polisiloxano orgánico (A1), 5 partes de polisiloxano orgánico (A2) y 70 partes de polvo fino de talco (D1). A continuación, se añadieron a la mezcla 0.60 partes de catalizador de platino (C) y se agitó durante 10 minutos.

(Preparación del material B)

- 30 100 partes de polisiloxano orgánico (A1), 5 partes de polisiloxano orgánico (A2), 4.08 partes de metil-hidrógeno-polisiloxano (B); dichas cantidades dan una relación molar entre el grupo SiH y el grupo vinilo (SiH/Vi) de 2.2 mol/mol en una mezcla de materiales A y B en una proporción de masa de 1:1, 70 partes de polvo fino de talco (D1), y 0.24 partes de etilciclohexanol como agente de control de la reacción se mezclaron y agitaron durante 15 minutos. A continuación, se añadieron 0.24 partes de una solución al 10 % de 1,2,3-benzotriazol en etanol (E1); dichas cantidades dan una relación molar de 6.9 mol por mol de átomo de platino en una mezcla de
- 35 materiales A y B en una relación másica de 1:1, y a continuación se agita durante 10 minutos.

(Preparación de una composición de silicona curable por adición y curado de la misma)

- El material A y el material B se mezclaron en una proporción de masa de 1:1 durante 10 minutos para preparar una composición de silicona homogénea que era líquida a una temperatura de 25 grados C. A continuación, la composición de silicona se sometió a precurado a 120 grados C durante 10 minutos para obtener una lámina
- 40 de caucho de silicona curada con unas dimensiones de 130mmX170mmX1.0mm. La hoja se sometió a un ensayo de capacidad ignífuga de acuerdo con las normas UL-94. El resultado se muestra en la Tabla 1.

- Además, para cada uno de los materiales A y B se determinó la viscosidad inmediatamente después de la preparación y la viscosidad después de almacenarse en un contenedor sellado en una caja seca a 70 grados C durante dos semanas. Las viscosidades se determinaron a una velocidad de cizallamiento de 0.9 s^{-1} a 25
- 45 grados C con un equipo HAKKE MARS40, ex Thermo Fisher Scientific Co., Ltd. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Ejemplo de preparación 1]

- 60 partes de polisiloxano orgánico (A1), 8 partes de hexametildisilazano, 2 partes de agua y 40 partes de polvo fino de sílice (F), Aerosil 300, con un área de superficie específica BET de $300 \text{ m}^2/\text{g}$, se introdujeron en una
- 50 amasadora y se mezclaron a temperatura ambiente durante 1 hora. A continuación, se elevó la temperatura a

150 grados C y se siguió mezclando durante 2 horas. A continuación, se bajó la temperatura hasta la temperatura ambiente, y se añadieron 25 partes de polisiloxano orgánico (A1) y 5 partes de polisiloxano orgánico (A2) a la mezcla y se siguió mezclando hasta que la mezcla se volvió homogénea para obtener el compuesto base (I).

5 [Ejemplo 2]

(Preparación del material A)

A 130 partes del compuesto base (I) obtenido en el mencionado Ejemplo de preparación 1, se añadieron 19 partes de polisiloxano orgánico (A1) y 30 partes de polvo fino de talco (D1) y se agitó durante 15 minutos. A continuación, se añadieron 0.60 partes de catalizador de platino (C) y se agitó durante 10 minutos.

10 (Preparación del material B)

A 130 partes del compuesto base (I) preparado en el mencionado Ejemplo de preparación 1, 15 partes de polisiloxano orgánico (A1), se añadieron 4.4 partes de metil hidrógeno polisiloxano (B); dichas cantidades dan una relación molar del grupo SiH al grupo vinilo (SiH/Vi) de 2.3 mol/mol en una mezcla de materiales A y B en una proporción de masa de 1:1, 30 partes de polvo fino de talco (D1), y 0.24 partes de etilciclohexanol como agente de control de la reacción y se agitó durante 15 minutos. A continuación, se añadieron 0.24 partes de una solución al 10 % de 1,2,3-benzotriazol en etanol (E1), cantidad que da una relación molar de 6.9 mol por mol de átomo de platino en una mezcla de materiales A y B en una relación másica de 1:1, y la mezcla se agitó durante 10 minutos más.

(Preparación de una composición de silicona curable por adición y curado de la misma)

20 El material A y el material B se mezclaron en una proporción de masa de 1:1 durante 10 minutos para preparar una composición de silicona homogénea que era líquida a una temperatura de 25 grados C. Se repitió la misma manera del Ejemplo 1 para obtener una lámina de caucho de silicona curada. La hoja se sometió a un ensayo vertical de capacidad ignífuga según las normas UL-94.

Además, como en el Ejemplo 1, se determinó la viscosidad inmediatamente después de la preparación y la viscosidad después de ser almacenada a 70 grados C durante 2 semanas para cada uno de los Materiales A y B.

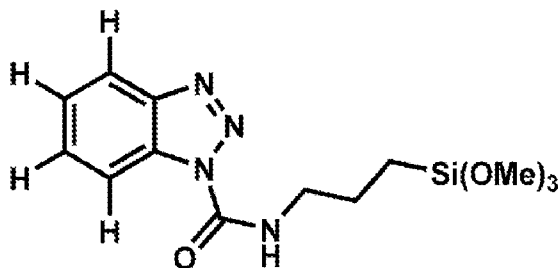
Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Ejemplo 3]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que se utilizó la superficie tratada de talco (D2) en lugar del polvo fino de talco (D1). A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 2.

[Ejemplo 4]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que se utilizó el talco tratado superficialmente (D2) en lugar del polvo fino de talco (D1), y se utilizaron 0.08 partes en masa del siguiente derivado de benzotriazol (E2), cantidad que da una relación molar de 8.1 mol por mol de átomos de platino en una mezcla de materiales A y B en una relación en peso de 1:1, en lugar de la solución al 10 % de 1,2,3-benzotriazol en etanol (E1). A continuación se obtuvo una lámina endurecida de caucho de silicona como en el Ejemplo 2.



40 [Ejemplo 5]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 4 para obtener una composición de silicona, excepto que la cantidad de derivado de benzotriazol (E2) se cambió a 4.7 partes en masa, cantidad que da una relación molar de 475.0 mol por mol de átomo de platino en una mezcla de materiales A y B en una relación de masa de 1:1. A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 2.

[Ejemplo comparativo 1]

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 1 para obtener una composición de silicona, excepto que no se mezcló el polvo fino de talco (D). A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 1.

5 **[Ejemplo comparativo 2]**

Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que el polvo fino de talco (D) no se mezcló. A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 2.

[Ejemplo comparativo 3]

- 10 Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que no se mezcló la solución al 10 % de 1,2,3-benzotriazol en etanol (E). A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 2.

[Ejemplo comparativo 4]

- 15 Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que se utilizaron 3.8 partes de una solución al 50 % de 1,2,3-benzotriazol (E) en etanol, cantidad que da una relación molar de 550 moles por mol de átomos de platino en una mezcla de materiales A y B en una relación de masa de 1:1, en lugar de la solución al 10 % de 1,2,3-benzotriazol (E) en etanol. La composición de silicona se calentó en las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, pero no curó.

[Ejemplo comparativo 5]

- 20 Se repitieron los procedimientos del Ejemplo 2 para obtener una composición de silicona, excepto que se utilizó polvo fino de hidróxido de aluminio (ex Showa Denko Co., Ltd., nombre comercial, Heidilight H-32) en lugar de polvo fino de talco (D), y se añadieron 0.5 partes de negro de carbón (ex, Electrochemical Industry, nombre comercial, Denca Black) al Material B. A continuación, se obtuvo una lámina de caucho de silicona curada como en el Ejemplo 2.
- 25 Las láminas de caucho de silicona curadas obtenidas en los Ejemplos 3 a 5 y en los Ejemplos comparativos 1 a 5 se sometieron al ensayo de capacidad ignífuga de la misma manera que en el Ejemplo 1. La viscosidad inmediatamente después de la preparación y la viscosidad después de ser almacenada a 70 grados C durante 2 semanas se determinaron de acuerdo con la manera descrita anteriormente, para cada uno de los Materiales A y B de los Ejemplos y los Ejemplos comparativos. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. comp. 1	Ej. comp. 2	Ej. comp. 3	Ej. comp. 4	Ej. comp. 5
	Talco en polvo fino (D1)	Talco en polvo fino tratado superficialmente (D2)	Talco en polvo fino tratado superficialmente (D2)	Talco en polvo fino tratado superficialmente (D2)	Talco en polvo fino tratado superficialmente (D2)	.	.	Talco en polvo fino (D1)		Polvo fino de hidróxido de aluminio
Partes del polvo inorgánico componente (A)	67	30	30	30	30	0	0	30	30	30
Mol de componente (E) por mol de átomo de platino	6.9	6.9	6.9	8.1	475	6.9	6.9	0	550	6.9
Material A	120	1080	720	720	720	30	1080	1060	1080	980
	140	1150	750	750	750	30	1080	1140	1080	1100
Material B	115	1020	740	770	2700	28	1020	1010	1050	1080
	133	1180	780	790	2 820	29	1020	1130	1200	2020
Piromesistencia UL 94	V-0	V-0	V-0	V-0	V-0	Totalmente quemado	Totalmente quemado	V-1	Sin curar	V-0

Como se muestra en la Tabla 1, la composición de silicona curable por adición que comprende 1,2,3-benzotriazol y sin polvo fino de talco no proporcionó una capacidad ignífuga mejorada y el caucho de silicona obtenido se quemó totalmente en el ensayo de capacidad ignífuga (Ejemplos comparativos 1 y 2). La composición de silicona curable por adición que comprendía polvo fino de talco y no 1,2,3-benzotriazol fue insuficiente para proporcionar una capacidad ignífuga mejorada, de modo que el caucho de silicona no mostró una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94 (Ejemplo comparativo 3). La composición del Ejemplo comparativo 5, en la que se mezcló polvo

fino de hidróxido de aluminio en lugar de polvo fino de talco, hizo que la viscosidad aumentara con el tiempo y la estabilidad durante el almacenamiento fuera inferior.

5 Por el contrario, las composiciones de silicona según la presente invención eran excelentes en estabilidad durante el almacenamiento a lo largo del tiempo y proporcionaban cauchos de silicona con una excelente capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94 debido a la combinación de un polvo fino de talco como el descrito anteriormente con 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este.

Aplicabilidad industrial

10 La composición de silicona curable por adición de la presente invención tiene una excelente estabilidad durante el almacenamiento y proporciona un caucho de silicona que tiene una excelente capacidad ignífuga. La composición de silicona es útil en aparatos eléctricos, componentes de terminales de cables y materiales de automoción, que requieren capacidad ignífuga.

REIVINDICACIONES

1. Composición de silicona curable por adición que comprende los siguientes componentes (A) a (E):

(A) 100 partes en masa de un polisiloxano orgánico que tiene dos o más grupos alqueno cada uno unido a un átomo de silicio y que es líquido a 25 grados C,

5 (B) un hidrógeno polisiloxano orgánico que tiene dos o más átomos de hidrógeno enlazados cada uno a un átomo de silicio en una cantidad tal que el número de átomos de hidrógeno enlazados cada uno a un átomo de silicio en el componente (B) es de 1 a 10 por cada grupo alqueno enlazado a un átomo de silicio en el componente (A),

(C) un catalizador de metal del grupo del platino en una cantidad catalítica,

10 (D) de 10 a 100 partes en masa de polvo fino de talco que tiene un diámetro medio de 0.1 a 50 μm , determinado según un procedimiento de difracción de láser, y

(E) 1,2,3-benzotriazol, o un derivado de este, en una cantidad de 2 a 500 moles por mol del átomo de metal del grupo del platino del componente (C).

15 2. La composición de silicona curable por adición según la reivindicación 1, en la que el polvo fino de talco está tratado superficialmente con un compuesto orgánico de silicio.

3. La composición de silicona curable por adición según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende además 1 a 100 partes en masa de un relleno de refuerzo (F).

20 4. La composición de silicona curable por adición según la reivindicación 3, en la que el componente (F) es sílice pirógena que tiene un área de superficie específica de 50 m^2/g o más, determinada por un procedimiento BET.

5. Caucho de silicona obtenido mediante curado de la composición de silicona curable por adición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.

6. El caucho de silicona según la reivindicación 5, en el que el caucho de silicona tiene una capacidad ignífuga de V-0 según las normas UL94 a un grosor de 0.5 mm o más.