



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8401622**

Nederland

⑲ NL

⑤4 **Stabiel, eenpakkets, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar organopolysiloxanpreparaat.**

⑤1 Int.Cl.³: C08L 83/04, C08K 5/00, C08F 283/12// C07F 7/18.

⑦1 Aanvrager: General Electric Company te Schenectady, New York, Ver. St. v. Am.

⑦4 Gem.: Ir. L.W. Kooy c.s.
Octrooibureau Vriesendorp & Gaade
Dr. Kuiperstraat 6
2514 BB 's-Gravenhage.

②1 Aanvraag Nr. 8401622.

②2 Ingediend 21 mei 1984.

③2 Voorrang vanaf 25 mei 1983.

③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).

③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 497778.

⑥2 --

④3 Ter inzage gelegd 17 december 1984.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Stabiel, eenpakkeets, bij kamertemperatuur
vulcaniseerbaar organopolysiloxanpreparaat.

- Kortgeleden werd een bij opslag stabiel, snel hardend, een components bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar (KTV) preparaat met functionele alkoxygroepen beschreven in de Amerikaanse octrooiaanvraag S.N. 277.524 van 26 juni 1981.
- 5 Algemeen gesproken wordt in deze octrooiaanvraag beschreven dat door middel van vocht uithardbare, KTV organopolysiloxanpreparaten met eindstandige polyalkoxygroepen bereid kunnen worden door met elkaar te combineren (1) een polydiorgano-
- 10 siloxan basispolymeer met eindstandige silanolgroepen, (2) een als verknopingsmiddel werkend silaan, (3) een effectieve hoeveelheid van bepaalde middelen op silaanbasis voor het wegvangen van chemisch gebonden hydroxylgroepen en (4) een effectieve hoeveelheid van een condensatiekatalysator. Het middel voor het wegvangen van functionele groepen dat hetzij
- 15 een afzonderlijke verbinding kan zijn of deel kan uitmaken van het verknopingsmiddel met functionele alkoxygroepen, bezit een oxymato-, carbamato-, enoxy-, amino-, amido-, imidato-, ureido-, isocyanato- en/of thioisocyanato functionaliteit.
- Andere samenstellingen van middelen voor het wegvangen
- 20 van functionele groepen die toegepast kunnen worden in de betreffende eencomponent KTV preparaten met functionele alkoxygroepen worden beschreven in een Amerikaanse octrooiaanvraag van R.T.Swiger en J.E.Hallgren ingediend omstreeks 16 maart 1983, de Amerikaanse octrooiaanvraag S.N. 349.695
- 25 van 17 februari 1982, een Amerikaanse octrooiaanvraag van G.M.Lucas ingediend omstreeks 4 februari 1983, de Amerikaanse octrooiaanvraag S.N. 428.038 van 29 september 1982, de Amerikaanse octrooiaanvraag S.N. 338.518 van 11 januari 1982 en in een Amerikaanse octrooiaanvraag van T.D. Mitchell, inge-

8401622

diend omstreeks 30 januari 1983. Genoemd kan ook worden de Nederlandse octrooiaanvraag .

In de Amerikaanse octrooiaanvraag S.N. 277.524 (White et al) wordt aan de vakman geleerd dat een middel
5 voor het wegvaⁿgen van functionele groepen met de algemene formule 4; waarin R_1 een alifatische organische groep voorstelt met 1 tot circa 8 koolstofatomen gekozen uit alkylgroepen, alkylethergroepen, alkylestergroepen, alkylketongroepen en alkylcyanogroepen of een aralkylgroep voorstelt met 7 tot 13
10 koolstofatomen, R_2 een eenwaardige organische groep is met 1 tot 13 koolstofatomen en X een hydrolyseerbare, afsplitsbare groep voorstelt gekozen uit amido, amino, carbamato, enoxy, imidato, isocyanato, oxymato, thioisocyanato en ureido, indien gecombineerd met een diorganopolysiloxan basispolymeer, een
15 effectieve hoeveelheid condensatiekatalysator en, als de hydrolyseerbare afsplitsbare groep een enoxygroep is, een hardingsversneller een eenpakket stabiel, onder invloed van vocht uithardbaar KTV preparaat oplevert. White et al. leren voorts dat de groepen R_2 waaraan de voorkeur wordt gegeven be-
20 staan uit methyl, fenyl of vinyl en liefst uit methyl of uit een mengsel van een grote hoeveelheid methylgroepen en een kleinere hoeveelheid fenyl- en/of vinylgroepen en dat de groepen X waaraan de voorkeur wordt gegeven zijn amido, amino en enoxy waarbij in het bijzonder de voorkeur wordt gegeven
25 aan amido.

Een op tekortkoming van een voorkeurssamenstelling volgens White et al., namelijk de samenstelling waarin R_2 methyl voorstelt en X enoxy is, is dat dit preparaat doorschijnende of doorzichtige kwaliteiten van KTV's geeft die
30 bij uitharden een gele kleur geven. Uit markttechnisch oogpunt en ook om esthetische redenen is het zeer gewenst dat de uitgeharde KTV preparaten kleurloos zijn.

De uitvinding heeft daarom ten doel te voorzien in een eenpakket, stabiel, onder invloed van vocht uithardbaar
35 organopolysiloxanpreparaat dat bij uitharden doorschijnende of

8401622

doorzichtige, kleurloze produkten oplevert.

Volgens de uitvinding wordt voorzien in een stabiel, eenpakkets KTV preparaat dat kan worden omgezet in een doorschijnend of doorzichtig kleurloos, kleefvrij elastomeer, welk preparaat omvat:

(A) een polydiorganosiloxan basispolymeer waarvan het siliciumatoom aan het einde van elke keten is afgesloten door tenminste twee alkoxygroepen,

(B) een effectieve hoeveelheid condensatiekatalysator,

(C) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen, met de formule 1 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano, of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is, X een alifatische enoxygroep voorstelt, a een geheel getal is van 1 t/m 3, b een geheel getal is van 0 t/m 2 en de som van a + b gelijk is aan 1 t/m 3, en

(D) een effectieve hoeveelheid hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidinen, aminen en mengsels daarvan.

Volgens een ander aspect van de uitvinding is het basispolymeer een polymeer met silanol afgesloten uiteinden en is het silaan van bestanddeel (C) zowel het middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen als een polyalkoxy-verknopingsmiddel voor het afschermen van het siliciumatoom aan het uiteinde van elke organopolysiloxanketen met een vinylgroep en twee alkoxygroepen, welke silaan de formule 2 bezit, waarin R_1 en X de hiervoor genoemde betekenissen hebben.

Volgens één aspect van de uitvinding wordt voorzien in een stabiel, eenpakkets, praktisch watervrij en praktisch zuurvrij, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar organopolysiloxanpreparaat dat onder ambiënte omstandigheden bij prak-

8401622

tisch volledige afwezigheid van vocht lange tijd stabiel is en omgezet kan worden in een doorschijnend of doorzichtig, kleurloos, kleefvrij elastomeer en welk preparaat omvat:

5 (A) een polydiorganosiloxan basispolymeer waarvan het siliciumatoom aan het einde van elke keten is afgesloten met tenminste twee alkoxygroepen,

(B) een effectieve hoeveelheid condensatiekatalysator,

(C) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor wegvangen van functionele hydroxylgroepen, met de formule 1 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep voorstelt, X een alifatische enoxygroep is, a een geheel getal is van 1 t/m 3, b een geheel getal is van 0 t/m 2 en de som van $a + b$ gelijk is aan 1 t/m 3 en

15 (D) een effectieve hoeveelheid hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidinen, aminen en mengsels daarvan.

20 Volgens een ander aspect van de uitvinding omvat het KTV preparaat dat omgezet kan worden in een doorschijnend of doorzichtig, kleurloos, kleefvrij elastomeer:

(A) een basispolymeer waarvan de uiteinden zijn afgesloten door silanol,

25 (B) een effectieve hoeveelheid condensatiekatalysator,

(C) een silaan met de formule 2 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep is bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, X een alifatisch enoxygroep is, waarbij dit silaan zowel het middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen vormt en een polyalkoxysilaan verknopingsmiddel is voor het afschermen van het siliciumatoom aan het uiteinde van elk organopolysiloxanketen met een vinyl en twee alkoxygroepen,

30 (D) een effectieve hoeveelheid hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidinen, aminen

8401622

en mengsels daarvan.

Aan de KTV preparaten die worden beschreven door White et al. in S.N. 277.524, van 26 juni 1981 wordt in hoge mate de voorkeur gegeven boven KTV preparaten volgens de stand van de techniek, omdat ze gedurende lange tijd stabiel zijn en praktisch vrij zijn van zuur. Een tekortkoming van de preparaten van White et al. is dat enkele van de voorkeurspreparaten leiden tot een doorschijnend of doorzichtig KTV preparaat dat uithardt tot een elastomeer dat geel van kleur is, dat wil zeggen indien het middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen de formule 4 heeft waarin R_2 methyl of een mengsel van een grote hoeveelheid methylgroep en een kleine hoeveelheid fenyl en/of vinylgroep voorstelt en X een enoxygroep is. Tot nu toe werd algemeen aangenomen en aanvaard dat het bezwaar van een dergelijke gele kleur niet wordt gecompenseerd door de voordelen verkregen met de preparaten volgens de Amerikaanse octrooiaanvraag, die verband houden met de middelen voor het wegvangen van functionele groepen en het afsluiten van ketens aan het uiteinde op basis van enoxyresten.

Verrassenderwijze werd echter gevonden dat, als een silaan dat een vinyl en enoxy functionaliteit bezit wordt opgenomen als middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen of als een geïntegreerd middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen en verknopingsmiddel, niet alleen de gewenste eigenschappen die door White et al. worden genoemd worden bereikt, maar ook het verkregen produkt doorschijnend of doorzichtig en praktisch kleurloos is.

Het polydiorganosiloxan basispolymeer kan hetzij een polymeer zijn met eindstandige silanolgroepen of met eindstandige alkoxygroepen, welke produkten beide algemeen bekend zijn in deze techniek en gemakkelijk door de geschoolde vakman bereid kunnen worden. Voor meer gedetailleerde informatie wordt verwezen naar de octrooiaanvraag van White et al..

Wat de condensatiekatalysator betreft geldt dat derge-

8401622

lijke katalysatoren ook algemeen bekend zijn in de techniek en dat een vrijwel uitputtende lijst ervan wordt gegeven in de Amerikaanse octrooiaanvraag van White et al.. Opgemerkt wordt dat tinverbindingen de bij voorkeur gebruikte condensatiekatalysatoren zijn en dat liefst dibutylandiacetaat wordt gebruikt. Een verrassend voordeel van de onderhavige uitvinding is, dat door toepassing van vinylalkoxyenoxysilanen het mogelijk is om de tinkatalysator geheel te elimineren. Dit is belangrijk, omdat wordt gemeend dat het Sn^{+4} en mesityloxyde dat een tussenprodukt of nevenprodukt is dat wordt gevormd bij het afschermen van de eindstandige groepen, verantwoordelijk zijn voor de ongewenste gele verkleuring van het uitgeharde elastomeer. Als de tinkatalysator echter wordt geëlimineerd, is het essentieel dat een hardingsversneller of katalysator van het guanidine of secundair organisch aminetype wordt gebruikt om de afscherming van de eindgroepen van een basispolymeer met eindstandige silanolgroepen tot stand te brengen.

De onderhavige uitvinding is gelegen in de verrassende vondst dat, als een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele groepen dat een zekere vinyl- en enoxyfunctionaliteit bezit, wordt toegepast het verkregen KTV preparaat uithardt tot een doorschijnend of doorzichtig praktisch kleurloos elastomeer. Zoals hiervoor gezegd kan het basispolymeer als ketenafsluiting silanol of alkoxygroepen hebben maar de beperkingen die gelden ten aanzien van het middel voor het wegvangen van functionele groepen hangen af van de functionaliteit van het basispolymeer.

Als het basispolymeer vooraf wordt afgeschermd aan de uiteinden door twee of meer alkoxygroepen, functioneert het silaan slechts als middel voor het wegvangen van functionele groepen. Bijgevolg behoeven minder beperkingen te worden gesteld aan het middel voor het wegvangen van functionele groepen en kan dit worden weergegeven door de algemene formule 1, waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voor-

8401622

stelt bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon, alkylcyanogroepen of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is, X een alifatische enoxygroep voorstelt, a een geheel getal is van 1 t/m 3, b een geheel getal is van 0 t/m 2 en $a + b$ gelijk is aan 1 t/m 3.

Een andere mogelijkheid is dat de uiteinden van het basispolymeer zijn afgeschermd door silanolgroepen, zodat een geïntegreerd middel voor het wegvangen van functionele groepen-verknopingsmiddel kan worden toegepast met de formule 2 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano, of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep is en X een alifatische enoxygroep voorstelt.

In een dergelijk geval is het verkregen polymeer een polymeer waarvan de eindstandige (silicium)atomen zijn afgeschermd door vinylalkoxygroepen, welk polymeer de algemene formule 3 bezit, waarin R een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep voorstelt en R_1 de hiervoor genoemde betekenissen heeft.

Hoewel aan een basispolymeer waarvan de eindstandige (silicium)atomen zijn afgeschermd door vinylalkoxyresten, de voorkeur wordt gegeven en aan een polymeer waarvan de eindstandige (silicium)atomen zijn afgeschermd door vinyl-dimethoxyresten in het bijzonder de voorkeur wordt gegeven zullen andere variaties die ook KTV preparaten opleveren die uitharden tot doorschijnende of doorzichtige en praktisch kleurloze elastomeren, voor de vakman ook voor de hand liggen. Bijvoorbeeld kan, als het basispolymeer een polymeer is met eindstandige silanolgroepen, in plaats van een middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen-verknopingsmiddel binnen het kader van formule 2, evengoed een middel voor het wegvangen van dergelijke functionele groepen worden toegepast met de algemene formule 5 waarin R_1 , R_2 en X de hiervoor genoemde betekenissen hebben en waarin c gelijk is

84 01622

aan 1 of 2, d gelijk is aan 1 of 2 en de som van c + d gelijk is aan 2 of 3, in combinatie met een als verknopingsmiddel fungerend silaan met de formule 6 waarin R_1 en R_2 de hiervoor genoemde betekenissen hebben en e gelijk is aan 0 of 1. Uiteraard kunnen dergelijke als verknopingsmiddelen fungerende silanen worden opgenomen in elke samenstelling volgens de uitvinding.

In de formules (1), (2) en (3) is elk van de groepen R, R_1 en R_2 bij voorkeur methyl en in de formules (1) en (2) is de hydrolyseerbare, afsplitsbare groep X bij voorkeur een enoxygroep met vijf of minder koolstofatomen en liefst een isopropenoxgroep. Het middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen is derhalve liefst vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan met de formule 7.

Andere bij voorkeur gebruikte middelen voor het wegvangen van functionele groepen ten gebruike met basispolymeren met eindstandige silanolgroepen zijn onder andere vinyltrimethoxy (but-2-ene-2-oxy)silaan en vinyltrimethoxy-2 (1-carboethoxypropenoxysilaan.

Behalve de bovengenoemde omvatten de middelen voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen die worden gebruikt met basispolymeren met eindstandige polyalkoxygroepen ook bij voorbeeld vinyltrimethylisopropenoxysilaan en vinyltri-isopropenoxysilaan.

Hardingsversnellers die worden gebruikt in de praktijk van de onderhavige uitvinding worden gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidinen, aminen en mengsels daarvan. Voor aanvullende informatie betreffende dergelijke preparaten worden verwezen naar de hiervoor genoemde octrooiaanvraag van White et al. en naar de Amerikaanse octrooischriften 4.180.642 en 4.248.993.

Het is belangrijk om op te merken dat een bijkomende tekortkoming van het methyl-enoxysysteem volgens White et al. is, dat een betrekkelijk dure hardingsversneller of co-katalysator nodig is, bijvoorbeeld N-butyltetramethyl-

8401622

guanidine, om de reactie waarmee de eindgroepen van het
polymeer worden afgesloten te katalyseren. Door het meer
reaktieve vinylisopropenoxysysteem volgens de uitvinding te
gebruiken kan de reactie die de afsluiting van de eind-
5 standige groepen van het polymeer teweeg brengt worden
gekatalyseerd met betrekkelijk goedkope secundaire aminen,
zoals di-n-hexylamine. Uiteraard is de vereiste hardingstijd,
gemeten als de kleef-vrij-tijd, wat langer voor de secundaire
aminen in vergelijking met het butyl-guanidinederivaat.

10 In de preparaten volgens de uitvinding kunnen allerlei
vulstoffen worden opgenomen, bijvoorbeeld titaniumdioxide,
zirkoniumsilicaat, siliciumdioxide-aerogel, ijzeroxide,
diatomeeënaarde, door pyrolyse gevormd siliciumdioxide,
roet, geprecipiteerd siliciumdioxide, glasvezels, poly-
15 vinylchloride, gemalen kwarts en calciumcarbonaat. De
hoeveelheid vulstof die wordt gebruikt kan binnen wijde
grenzen variëren afhankelijk van de beoogde toepassing. Voor
sommige afdichttoepassingen kunnen bijvoorbeeld hardbare
preparaten vrij van vulstof worden gebruikt terwijl voor
20 andere toepassingen, bijvoorbeeld het gebruik van een
hardbaar preparaat voor het maken van een bindmateriaal
hoeveelheden vulstof van zelfs wel 700 gewichtsdelen of
meer per 100 gewichtsdelen organosiloxan gebruikt kunnen
worden. Bij voorkeur is de vulstof aanwezig in een hoeveel-
25 heid variërend van 10 tot 300 gewichtsdelen vulstof per
100 gewichtsdelen organopolysiloxan. Verder kunnen hechtings-
promotors, uitzakken regelende middelen en weekmakers in de
preparaten volgens de uitvinding worden opgenomen.

Voorbeeld 1

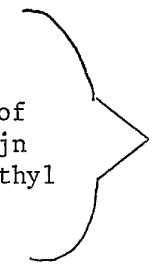
30 Vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan werd bereid door in een
geschikte hogedruk reaktor te brengen 106,8g (0,7M) vinyl-
chloordimethoxysilaan, 81,2g (1,4M) aceton, 81,3g (0,8M)
triethylamine, 0,7g zinkchloride en 50g acetonitrile. Het
reaktiemengsel werd onder roeren geleidelijk verwarmd op
35 100°C en werd onder roeren 6 uren op die temperatuur gehouden.

8401622

Na afkoelen tot kamertemperatuur werd het verkregen reaktiemengsel gefiltreerd om triethylaminehydrochloridezout te verwijderen gevolgd door uitwassen met pentaan. Daarna werden de oplosmiddelen verwijderd in een roterende "flash" verdamper bij 40°C en 13,3 kPa. Het eindprodukt, vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan werd gedestilleerd bij 52°C/2,40 kPa.

Het vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan werd daarna onder watervrije omstandigheden met behulp van een Semkit[®] menger innig gemengd met polymeer met eindstandige hydroxylgroepen, vulstof, butyl-guanidinebinding en met dibutyltindiacetaat. Er werd een vergelijkingsmengsel bereid dat methyltrimethoxyisopropenoxysilaan bevatte. In beide gevallen werd een tweetrapskatalyse toegepast als volgt:

Voorbeeld 1

- | | | | |
|----|---|--|--|
| 15 | 85 g polymeer met eindstandige silanolgroepen
15 g vulstof |  | eerste katalyse |
| | | | 15 minuten mengen bij kamertemperatuur |
| 20 | 4 g $\text{ViSi(OMe)}_2\text{-O-C}\begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{CH}^3 \end{array}$
0,4g $(\text{Me}_2\text{N})\text{-}\frac{2}{\text{C=N}}\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-CH}_3$ | | |
| 25 | 0,1g $\text{Bu}_2\text{Sn(OAc)}_2$
1,0g siliconendragervloeistof waarvan eindgroepen zijn afgeschermd door trimethyl |  | tweede katalyse |
| | | | 15 minuten mengen bij kamertemperatuur |

8401622

Vergelijking

- | | | |
|----|--|---|
| 5 | <p>85g polymeer met eindstandige silanolgroepen</p> <p>15g vulstof</p> <p>4g $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OMe})_2\text{—O—C} \begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{CH}_3 \end{array}$</p> <p>0,4g $(\text{Me}_2\text{N})_2\text{—C=N—}(\text{CH}_2)_3$</p> | <p>eerste katalyse</p> <p>15 minuten mengen</p> <p>bij kamertemperatuur</p> |
| 10 | <p>0,1g $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$</p> <p>1,0g siliconendragervloeistof waarvan eindgroepen zijn afgeschermd met trimethyl</p> | <p>tweede katalyse</p> <p>15 minuten mengen</p> <p>bij kamertemperatuur</p> |
| 15 | <p>Na het mengen werden de KTV preparaten in afgesloten aluminiumbuizen verpakt en 24 uur bewaard bij kamertemperatuur, 24 uur bij 100°C en 48 uur bij 100°C. Aan het einde van de respectieve verouderingsperioden werden de preparaten uitgehard bij kamertemperatuur en 50% relatieve vochtigheid. De snelheid en de mate van uitharding werden bepaald uit de kleef-vrij-tijd (TFT) en durometermetingen na 24 h. De resultaten zijn weergegeven in tabel A.</p> | |
| 20 | | |

8401622

Tabel A

Afsluitende eindgroep	Veroudering bij bewaren (dagen)	Verouderings- temp. °C	TFT (min.)	Durometer waarde na 24h	Kleur
$\text{ViSi}(\text{OCH}_3)_2\text{-O-}\langle$	1	K.T.	25	32	helder
	1	100	30	32	heel zwak geel
	2	100	25	32	heel zwak geel
$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2\text{-O-}\langle$	1	K.T.	120	19	helder
	1	100	180	22	zwak geel
	2	100	180	21	zwak geel

Dit voorbeeld illustreert dat, door toepassing van vinyl-dimethoxyisopropenoxysilaan in plaats van methyl-dimethoxyisopropenoxysilaan een elastomeer wordt verkregen dat doorschijnend of doorzichtig is en praktisch kleurloos is en dat ongeveer 4 tot 6 maal zo snel uithardt tot een kleefvrij produkt dan de voorkeurspreparaten volgens de stand van de techniek. Opgemerkt wordt dat de uitgeharde elastomeren volgens de uitvinding slechts een weinig minder gekleurd zijn dan de preparaten volgens de stand van de techniek, maar de betreffende preparaten volgens de stand van de techniek zijn niet commercieel bruikbaar als gevolg van hun geringe durometer waarde en lange uithardingstijd.

Voorbeeld 2

Om een vergelijking te krijgen met de preparaten die vergelijkbare eigenschappen hebben, dat wil zeggen een vrijwel gelijke durometerwaarde en TFT, werd een preparaat bereid dat identiek was met het bovengenoemde vergelijkingspreparaat, behalve dat de hoeveelheid tinkatalysator werd verhoogd van 0,1g tot 0,23g $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$. De proefresultaten voor dit preparaat zijn vermeld in tabel B.

8401622

Tabel B

Afsluitende eindgroep	Verouderings- periode (dagen)	Verouderings- temp. °C	TFT (min.)	Durometer waarde na 24h	Kleur
$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2\text{-O-}$	1	K.T.	60	27	geel
	1	100	65	28	geel
$\text{[O,23g Bu}_2\text{Sn(OAc)}_2\text{]}$	2	100	75	28	geel

Dit voorbeeld laat zien dat een vergelijkbaar preparaat volgens de stand van de techniek geel van kleur is, een wat lagere durometerwaarde heeft en een ongeveer tweemaal zo lange hardingstijd vergt voordat het oppervlak kleefvrij is.

5

Voorbeeld 3

Onder toepassing van de methode van voorbeeld 1 werd een preparaat bereid dat vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan bevatte en een ander preparaat bereid dat methyldimethoxyisopropenoxysilaan bevatte (vergelijkingspreparaat). In plaats van het $(\text{Me}_2\text{N})-\frac{1}{2}-\text{C}=\text{N}-(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$, werd di-n-hexylamine gebruikt. Ook nu werd in beide gevallen een tweetrapskatalyse toegepast op de volgende wijze:

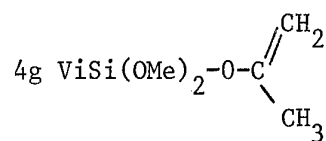
10

Voorbeeld 3

15

85g polymeer met eindstandige silanolgroepen

15g vulstof



0,4g HN(n-hexyl)₂

eerste katalyse

15 minuten mengen

bij kamertemperatuur

8401622

0,1g $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$	}	tweede katalyse
1,0g siliconendragervloeistof waarvan eindgroepen zijn afgeschermd met trimethyl		15 minuten mengen bij kamertemperatuur

Vergelijking

85g polymeer met eindstandige silanolgroepen	}	eerste katalyse
15g vulstof		15 minuten mengen
4g $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OMe})_2\text{--O--C}$		bij kamertemperatuur
0,4g $\text{HN}(\text{n-hexyl})_2$		

0,1g $\text{Bu}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$	}	tweede katalyse
1,0g siliconendragervloeistof waarvan eindgroepen zijn afgeschermd met trimethyl		15 minuten mengen bij kamertemperatuur

De testen uit voorbeeld 1 werden uitgevoerd met monsters die in dit voorbeeld waren bereid. De resultaten zijn vermeld in tabel C.

Tabel C

Afsluitende eindgroep	Verouderings- periode (dagen)	Verouderings- temp. °C.	TFT (min.)	Durometer waarde na 24h	Kleur
$\text{ViSi}(\text{OCH}_3)_2\text{--O--}$		K.T.	120	33	licht geel
	1	100	90	26	licht oranje
	2	100	240	25	licht oranje
$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2\text{--O--}$ 	1	K.T.	geleerde in de buis*		

* $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2\text{--O--}$  gaf geen afsluiting van eindgroepen in
met $\text{HN}(\text{hexyl})_2$ silanolpolymeer

8401622

Dit voorbeeld laat zien dat door toepassing van vinyl-
dimethoxyisopropenoxysilaan niet slechts een doorschijnend
of doorzichtig en praktisch kleurloos elastomeer wordt
verkregen, maar dat het ook mogelijk was een dergelijk
5 polymeer te verkrijgen door een betrekkelijk goedkoop
secundair amine te gebruiken in plaats van een betrekkelijk
duur butyl-guanidine als hardingsversneller of co-katalysator.

Voorbeeld 4

10 In dit voorbeeld wordt de onderhavige uitvinding
geïllustreerd als middel voor het wegvangen van hydroxyl-
groepen in polymeren waarvan de eindresten zijn afgeschermd
door methyldimethoxy. Onder toepassing van de mengmethode
van voorbeeld 1 werden de volgende preparaten bereid:

Voorbeeld IV

15	85 dln polymeer waarvan eindatomen zijn afge- schermd met methyl- dimethoxy*	}	eerste katalyse
	15 dln vulstof		15 minuten mengen
20	3 dln $\text{ViSi(OMe)}_2\text{---O---C}\begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{CH}_3 \end{array}$		bij kamertempera- tuur
25	0,1 dln $\text{Bu}_2\text{Sn(OAc)}_2$ 1,0 dln dragervloeistof waarvan eindatomen zijn afgeschermd met trimethyl	}	tweede katalyse
			15 minuten mengen bij kamertemperatuur

Vergelijking

30	85 dln polymeer waarvan eindatomen zijn afge- schermd met methyl- dimethoxy*	}	eerste katalyse
	15 dln vulstof		15minuten mengen
	3 dln $\text{CH}_3\text{Si(OMe)}_2\text{---O---C}\begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{CH}_3 \end{array}$		bij kamertemperatuur

84 01622

$$0,1 \text{ dln Bu}_2\text{Sn}(\text{OAc})_2$$

1,0 dln siliconendrager-
vloeistof waarvan eind-
atomen zijn afgeschermd
met trimethyl

tweede katalyse

15 minuten mengen

bij kamertemperatuur

* bevat 0,4 dln $(\text{Me}_2\text{N})-\frac{\text{---}}{2}-\text{C}=\text{N}-(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$

Er werden proefmonsters bereid en getest volgens de methode van voorbeeld 1; de resultaten zijn vermeld in tabel D.

Tabel D

Afsluitende eindgroep	Verouderings- tijd (dagen)	Verouderings- temp. °C.	TFT (min.)	Durometer waarde na 24 h	Kleur
$\text{ViSi}(\text{OCH}_3)_2\text{-O}-\text{C}_6\text{H}_5$	1	K.T.	30	29	helder
	1	100	25	27	zwak geel
	2	100	35	33	zwak geel
$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2\text{-O}-\text{C}_6\text{H}_5$		K.T.	75	30	zwak geel
	1	100	} geleerde in de buis		
	2	100			

Deze resultaten laten weer de superioriteit zien van het gebruik van vinyldimethoxyisopropenoxysilaan bij het verkrijgen van een doorschijnend of doorzichtig praktisch kleurloos elastomeerprodukt.

5 Voorbeeld 5

Dit voorbeeld illustreert dat door toepassing van de uitvinding een doorschijnend of doorzichtig en praktisch kleurloos elastomeer kan worden verkregen zelfs bij afwezigheid van een tinkatalysator. Het is echter belangrijk op te merken dat het, blijkens de resultaten vermeld in de volgende tabel E essentieel is dat een gesubstitueerd guanidine (maar niet een amine) wordt opgenomen om afsluiting van de eindstandige silanolgroepen van het basispolymeer te verkrijgen.

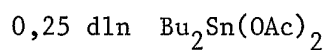
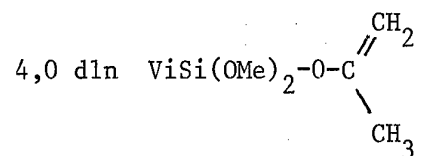
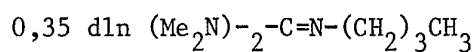
Volgens de methode van voorbeeld 1 werden de volgende
15 preparaten bereid:

8401622

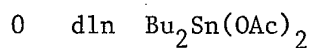
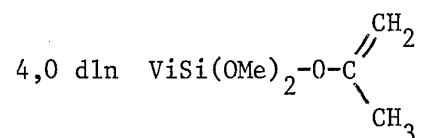
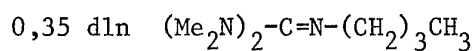
Preparaat

Samenstelling

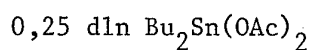
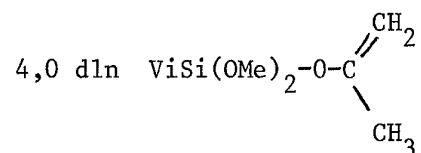
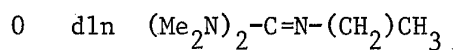
A 100 dln polymeer met eindstandige silanolgroepen



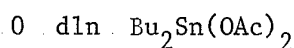
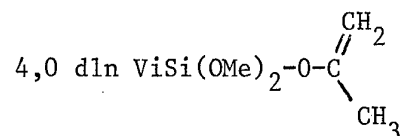
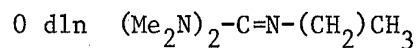
B 100 dln polymeer met eindstandige silanolgroepen



C 100 dln polymeer met eindstandige silanolgroepen



D 100 dln polymeer met eindstandige silanolgroepen



8401622

De resultaten ten aanzien van de stabiliteit bij bewaren van de preparaten A, B, C en D zijn vermeld in tabel E.

Tabel E

5	Preparaat	Verouderings- tijd (dagen)	Verouderings- temp. °C	TFT (min.)	Kleur
	A	1 1	K.T. 100	20 15	troebel-geel
10	B	1 1	K.T. 100	50 50	helder lichtgeel
	C	1 1	K.T. 100	4 geen uitharding	helder
	D	1	K.T.	geen uitharding	

15 Tabel E laat zien dat preparaat B een doorschijnend of
doorzichtig en praktisch kleurloos elastomeerprodukt gaf zonder
dat een tincondensatiekatalysator aanwezig was. Preparaat A
is een preparaat binnen het kader van de uitvinding dat
normaliter een lichtgeel elastomeer zou geven, waarin een
20 overmatig grote hoeveelheid Sn^{+4} werd opgenomen om elk van
de parameters van de verschillende samenstellingen constant
te houden.

8401622

C o n c l u s i e s

1. Stabiel, eenpakkets, praktisch watervrij en praktisch zuurvrij, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar organopolysiloxan-preparaat dat, onder ambiënte omstandigheden bij praktisch volledige afwezigheid van vocht lange tijd stabiel is en omgezet
5 kan worden in een doorschijnend of doorzichtig, kleurloos, kleefvrij elastomeer, gekenmerkt doordat het omvat:

(A) een polydiorganosiloxanbasispolymeer waarvan het siliciumatoom aan het einde van elke keten is afgesloten met tenminste twee alkoxygroepen,

10 (B) een effectieve hoeveelheid condensatiekatalysator,

(C) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen, met de formule 1 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een
15 $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep voorstelt, X een alifatische enoxygroep is, a een geheel getal is gelijk aan 1 t/m 3, b een geheel getal is gelijk aan
20 0 t/m 2 en de som van $a + b$ gelijk is aan 1 t/m 3 en

(D) een effectieve hoeveelheid hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidines, aminen en mengsels daarvan.

2. Preparaat volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat
25 het polydiorganosiloxan basispolymeer een polymeer is met eindstandige silanolgroepen en waarin het silaan de formule 2 heeft waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep
30 voorstelt, X een alifatische enoxygroep is en het silaan zowel fungeert als middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen en als polyalkoxysilaanverknopingsmiddel voor het afschermen van het siliciumatoom aan het einde van elke organopolysiloxanketen met een vinyl en twee alkoxygroepen.

8401622

3. Preparaat volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat het een effectieve hoeveelheid van een als verknopingsmiddel fungerend silaan van de formule 6 bevat waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is en e gelijk is aan 0 of 1.

4. Preparaat volgens conclusie 2, met het kenmerk, dat het silaan de formule 5 heeft waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyanogroepen of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep is, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep voorstelt, X een alifatische enoxygroep is, c gelijk is aan 1 of 2, d gelijk is aan 1 of 2 en de som van $c+d$ gelijk is aan 2 of 3, en dat het verder een effectieve hoeveelheid van een als verknopingsmiddel fungerend silaan bevat van de formule 6 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano groepen of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is en e gelijk is aan 0 of 1.

5. Preparaat volgens conclusies 1-4, met het kenmerk, dat de groepen R_1 en R_2 van het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen methylgroepen zijn.

6. Preparaat volgens conclusies 1-5, met het kenmerk, dat de afsplitsbare enoxygroep van het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen 2 - 5 koolstofatomen bezit.

7. Preparaat volgens conclusie 6, met het kenmerk, dat de enoxygroep een isopropenoxgroep is.

8401622

8. Preparaat volgens conclusies 1-7, met het kenmerk,
dat het middel op basis van silaan voor het wegvangen van
functionele hydroxylgroepen is gekozen uit de groep bestaande
uit vinylmethoxyisopropenoxysilaan, vinylmethoxy(but-2-een-
5 2-oxy)silaan en vinylmethoxy-2(1-carboethoxypropenoxy)silaan.

9. Preparaat volgens conclusies 1-8, met het kenmerk,
dat het middel op basis van silaan voor het wegvangen van
functionele hydroxylgroepen vinylmethoxyisopropenoxysilaan is.

10. Preparaat volgens een der voorgaande conclusies,
10 met het kenmerk, dat de hardingsversneller een secundair
amine is.

11. Preparaat volgens conclusie 10, met het kenmerk,
dat het secundaire amine di-n-hexylamine is.

12. Preparaat volgens een der voorgaande conclusies,
15 met het kenmerk, dat het ook tot 700 gewichtsdelen vulstof
bevat.

13. Preparaat volgens conclusie 12, met het kenmerk,
dat de vulstof bestaat uit titaandioxyde, zirkoniumsilicaat,
siliciumdioxyde-aerogel, ijzeroxyde, diatomeeënaarde, door
20 pyrolyse gevormd siliciumdioxyde, roet, geprecipiteerd
siliciumdioxyde, glasvezels, polyvinylchloride, gemalen
kwarts en/of calciumcarbonaat.

14. Preparaat volgens een der conclusies, met het ken-
merk, dat het tevens een effectieve hoeveelheid van een
25 hechttingspromotor bevat.

15. Preparaat volgens conclusies 1-14, met het kenmerk,
dat het ook een effectieve hoeveelheid van een uitzakkend
regelend middel bevat.

16. Preparaat volgens conclusies 1-15, met het kenmerk,
30 dat het ook een effectieve hoeveelheid weekmaker bevat.

17. Preparaat volgens een der voorgaande conclusies,
met het kenmerk, dat de condensatiekatalysator een tin-
verbinding is.

18. Preparaat volgens conclusie 17, met het kenmerk,
35 dat de tinverbinding dibutyltindiacetaat is.

8401622

19. Stabiel, eenpakets, praktisch watervrij en praktisch zuurvrij, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar organopolysiloxanpreparaat dat onder ambiënte omstandigheden bij praktisch volledige afwezigheid van vocht lange tijd stabiel is en omgezet kan worden in een doorschijnend of doorzichtig, kleurloos, kleefvrij elastomeer, gekenmerkt doordat het omvat:

(A) een polydiorganosiloxaanbasispolymeer met eindstandige silanolgroepen,

(B) een effectieve hoeveelheid van een tincondensatiekatalysator,

(C) een stabiliserende hoeveelheid van een geïntegreerd functionele groepen wegvangend en verknopend silaan gekozen uit de groep bestaande uit vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan, vinyltrimethoxy(but-2-een-2-oxy)silaan en vinyltrimethoxy-2 (1-carboethoxypropenoxy)silaan,

(D) een effectieve hoeveelheid van een hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidines, aminen en mengsels daarvan.

20. Preparaat volgens conclusie 19, met het kenmerk, dat het geïntegreerde middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele groepen en voor het verknopen vinyltrimethoxyisopropenoxysilaan is.

21. Stabiel, enkel pakets, praktisch watervrij en praktisch zuurvrij, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar organopolysiloxanpreparaat dat onder ambiënte omstandigheden bij praktisch volledige afwezigheid van vocht lange tijd stabiel is en omgezet kan worden in een doorschijnend of doorzichtig en praktisch kleurloos, kleefvrij elastomeer, met het kenmerk, dat het in hoofdzaak bestaat uit:

(A) een polydiorganosiloxan basispolymeer waarvan het siliciumatoom aan het einde van elke keten is afgesloten met tenminste twee alkoxygroepen,

(B) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen,

8401622

met de formule 1 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep voorstelt, X een alifatische enoxygroep is, a een geheel getal van 1 t/m 3 is, b een geheel getal van 0 t/m 2 is en de som van $a + b$ gelijk is aan 1 t/m 3, en

(C) een effectieve hoeveelheid van een uit gesubstitueerd guanidine of amine bestaande hardingsversneller.

22. Preparaat volgens conclusie 21, met het kenmerk, dat het polydiorganosiloxanbasispolymeer een polymeer is met eindstandige silanolgroepen en dat het silaan de formule 6 heeft waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyanogroepen, of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep is, X een alifatisch enoxygroep voorstelt en het silaan zowel fungeert als middel voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen en als polyalkoxyverknopingsmiddel voor het afschermen van het siliciumatoom aan het einde van elke organosiloxanketen met een vinyl en twee alkoxygroepen.

23. Preparaat volgens conclusie 22, met het kenmerk, dat het silaan de formule 5 heeft waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyanogroepen of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is, X een alifatische enoxygroep voorstelt, c gelijk is aan 1 of 2, d gelijk is aan 1 of 2 en de som van $c + d$ gelijk is aan 2 of 3 en dat het voorts een effectieve hoeveelheid van een als verknopingsmiddel fungerend silaan bevat van de formule 6 waarin R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyanogroepen of een $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige

8401622

C₍₁₋₁₃₎ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is en e gelijk is aan 0 of 1.

24. Preparaat volgens conclusies 21 - 23, met het kenmerk, dat de groepen R₁ en R₂ van het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen methylgroepen zijn.

25. Preparaat volgens conclusies 21 - 24, met het kenmerk, dat de afsplitsbare enoxygroep X van het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen 2 - 5 koolstofatomen bezit.

26. Preparaat volgens conclusies 21 - 25, met het kenmerk, dat de afsplitsbare enoxygroep een isopropenoxgroep is.

27. Preparaat volgens conclusies 21 - 26, met het kenmerk, dat het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen is gekozen uit de groep bestaande uit vinyl-dimethoxyisopropenoxysilaan, vinyl-dimethoxy(but-2-ene-2-oxo)silaan en vinyl-dimethoxy-2(1-carboethoxypropenoxo)silaan.

28. Preparaat volgens conclusies 21 - 27, met het kenmerk, dat het middel op basis van silaan voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen vinyl-dimethoxyisopropenoxysilaan is.

29. Preparaat volgens conclusies 21 - 28, met het kenmerk, dat het ook tot 700 gewichtsdeln vulstof bevat.

30. Preparaat volgens conclusie 29, met het kenmerk, dat de vulstof bestaat uit titaniumdioxide, zirkoniumsilicaat, siliciumdioxide-aerogel, ijzeroxyde, diatomeeënaarde, door pyrolyse gevormd siliciumdioxide, roet, geprecipiteerd siliciumdioxide, glasvezels, polyvinylchloride, gemalen kwarts en/of calciumcarbonaat.

31. Preparaat volgens conclusies 21 - 30, met het kenmerk, dat het tevens een effectieve hoeveelheid van een hechttingspromotor bevat.

32. Preparaat volgens conclusies 21 - 31, met het kenmerk, dat het ook een effectieve hoeveelheid van een uitzakken

8401622

regelend middel bevat.

33. Preparaat volgens conclusies 21 - 32, met het kenmerk, dat het ook een effectieve hoeveelheid weekmaker bevat.

34. Werkwijze voor de bereiding van een enkel pakkets,
5 praktisch watervrij en praktisch zuurvrij, bij kamertemperatuur vulcaniseerbaar preparaat dat gehard kan worden tot een vaste elastomere toestand, met het kenmerk, dat onder praktisch watervrije omstandigheden bij een temperatuur in het traject van 0°C tot 180°C, een bij kamertemperatuur vulcaniseer-
10 baar materiaal gekozen uit (i) een mengsel omvattende:

(a) 100 delen van een polydiorganosiloxan met eindstandige silanolgroepen bestaande in hoofdzaak uit chemisch gebonden eenheden met de formule 8,

(b) 0 - 1 delen van een condensatiekatalysator

15 (c) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen met de formule 2,

(d) 0 - 10 delen van een als verknopingsmiddel werkend silaan met de formule 6 en

20 (e) 0 - 5 delen van een hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidines, aminen en mengsels daarvan, en

(ii) een mengsel omvattende:

(a) 100 delen van een polydiorganosiloxaanbasispolymeer
25 waarvan het siliciumatoom aan het einde van elke keten is afgesloten door tenminste twee alkoxygroepen,

(b) 0 - 1 delen van een condensatiekatalysator,

(c) een stabiliserende hoeveelheid van een middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen
30 met de formule 1,

(d) 0 - 10 delen van een als verknopingsmiddel fungerend silaan met de formule 6 en

(e) 0 - 5 delen van een hardingsversneller gekozen uit de groep bestaande uit gesubstitueerde guanidines, aminen en
35 mengsels daarvan worden gemengd waarbij R is gekozen uit

84 0 1 6 2 2

eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroepen, R_1 een $C_{(1-8)}$ alifatische organische groep voorstelt gekozen uit de groep bestaande uit alkyl, alkylether, alkylester, alkylketon en alkylcyano of een

5 $C_{(7-13)}$ aralkylgroep voorstelt, R_2 een eenwaardige $C_{(1-13)}$ gesubstitueerde of niet gesubstitueerde koolwaterstofgroep is, X een alifatische enoxygroep voorstelt, a een geheel getal is van 1 t/m 3, b een geheel getal is gelijk aan 0 t/m 2, de som van a + b gelijk is aan 1 t/m 3 en e gelijk is aan

10 0 of 1, roert of mengt.

35. Werkwijze volgens conclusie 34, met het kenmerk, dat de condensatiekatalysator een tinverbinding is.

36. Werkwijze volgens conclusie 35, met het kenmerk, dat de tinverbinding dibutyltinacetaat is.

15 37. Werkwijze volgens conclusie 34 of 35, met het kenmerk, dat de afsplitsbare enoxygroep van het middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen twee tot vijf koolstofatomen bezit.

38. Werkwijze volgens conclusie 37, met het kenmerk, dat de afsplitsbare enoxygroep een isopropenoxxygroep is.

20

39. Werkwijze volgens conclusies 34 - 38, met het kenmerk, dat het middel op silaanbasis voor het wegvangen van functionele hydroxylgroepen is gekozen uit de groep bestaande uit vinyl dimethoxyisopropenoxysilaan, vinyl dimethoxy(but-2-een-

25 2-oxy)silaan en vinyl dimethoxy-2(1-carboethoxypropenoxxy)-silaan.

40. Werkwijze volgens conclusies 34 - 39, met het kenmerk, dat de hardingsversneller een secundair amine is.

41. Werkwijze volgens conclusie 40, met het kenmerk, dat het secundaire amine di-n-hexylamine is.

30

42. Werkwijze volgens conclusie 34 - 41, met het kenmerk, dat mengsel (i) en mengsel (ii) tevens tot ongeveer 700 delen vulstof bevatten.

43. Werkwijze volgens conclusies 34 - 42, met het kenmerk, dat mengsel (i) en mengsel (ii) tevens een effectieve

35

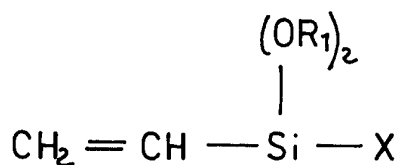
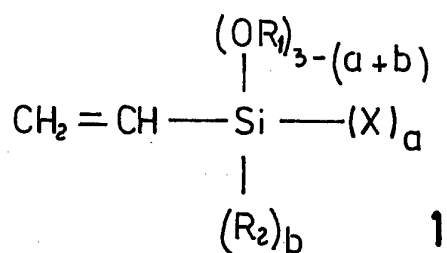
8401622

hoeveelheid hechtingspromotor bevatten.

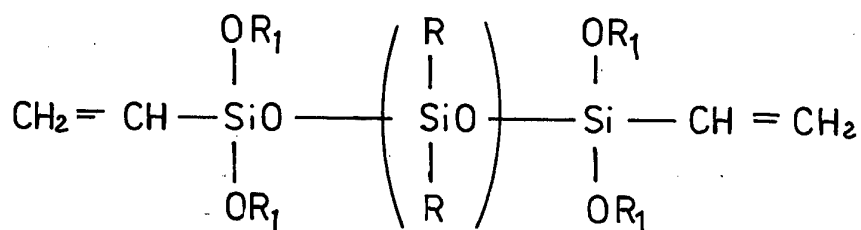
44. Werkwijze volgens conclusies 34 - 43, met het ken-
merk, dat mengsel (i) en mengsel (ii) tevens een
effectieve hoeveelheid van een uitzakken regelend middel
5 bevatten.

45. Werkwijze volgens conclusies 34 - 44, met het ken-
merk, dat mengsel (i) en mengsel (ii) tevens een effectieve
hoeveelheid weekmaker bevatten.

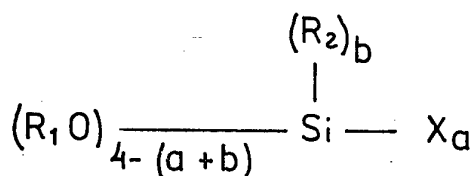
8401622



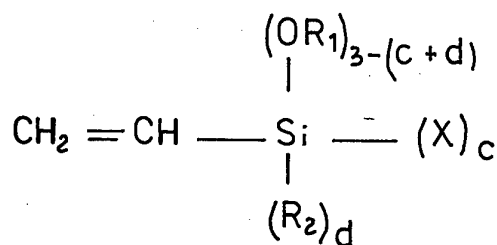
2



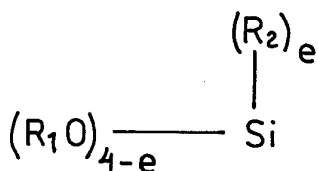
3



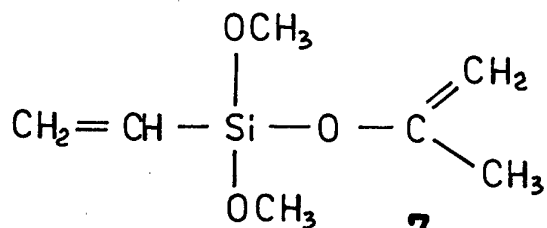
4



5

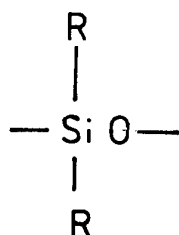


6



7

8401622



8