

PATENTE DE INVENCION

SC 3194



358 158

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la preparación de composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros a temperatura ordinaria.

Solicitante RHONE-POULENC, S.A.,
entidad francesa, residente en
22, Avenue Montaigne, Paris 8e, Francia.

La presente invención se refiere a nuevos compuestos organosilícicos vulcanizables en elastómeros a temperatura ambiente bajo la acción del agua en estado líquido a vapor.

5. Se han propuesto ya numerosos sistemas que

21



-2-

- permiten la transformación de organopolisiloxanos líquidos en sólidos cauchutados. Así es como en la patente francesa nº 1.179.969 se preconiza mezclar en el momento del empleo ciertos compuestos diorganopolisiloxánicos difuncionales con un agente de reticulación del tipo $R_m Si X (4-m)$, fórmula en la que R designa un grupo alquilo o arilo, X un grupo funcional tal como hidroxilo, alcoxi o amino, m un número inferior a 2, y un catalizador de condensación.
- 5.
10. Se ha propuesto igualmente realizar composiciones que pueden conservarse en estado líquido o pastoso hasta el momento de su empleo y no se transforman en sólido cauchutados más que por exposición en una atmósfera húmeda. Estas composiciones se constituyen en general por asociación de un organopolisiloxano α, ω -dihidroxilado, un agente de reticulación y generalmente cargas. Entre los diversos agentes de reticulación, actualmente empleados se entenderán más particularmente los organotriaciloxisilanos (patente francesa nº 1.198.749), los aminosilanos o los aminosilazanos (patente alemana nº 1.120.690) o incluso los aldiminoxi y los cetiminoxisilanos (patente francesa nº 1.432.799 y 1.314.649). Los organotriaciloxisilanos y los aminosilanos presentan el inconveniente de liberar sustancias de carácter ácido o básico durante la vulcanización. En cuanto a las composiciones a base de aldiminoxi o de cetiminoxisilanos, su puesta en masa se efectúa solamente a velocidades bastante lentas.
- 15.
- 20.
- 25.
30. El objeto de la presente invención es propor-



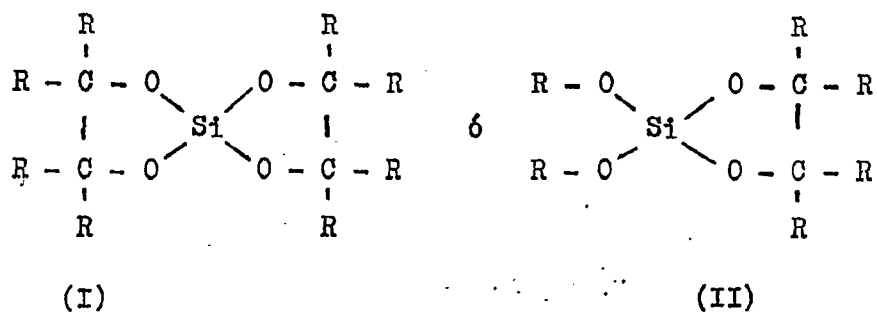
cionar nuevas composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros a temperatura ambiente bajo la acción del agua en estado líquido a vapor sin intervención de catalizadores.

- 5. Otro objeto de la presente invención es proporcionar composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros a temperatura ambiente bajo la acción del agua en estado líquido a vapor sin liberar productos ácidos o alcalinos y que presentan además una gran velocidad de puesta en masa bajo la acción del agua.

- 10. Otro objeto de la presente invención consiste además en proporcionar composiciones organosilícicas estables durante el almacenamiento en ausencia de humedad, rápidamente transformables en elastómeros a temperatura ambiente bajo la acción del agua en estado líquido o vapor sin liberar productos ácidos o alcalinos.

- 15. En efecto, se ha descubierto que los aceites diorganopolisiloxánicos- α, ω -dihidroxisilados pueden vulcanizarse a temperatura ambiente, en presencia de agua y en ausencia de catalizador, si se les añade ciertos ortosilicatos cíclicos que presentan la configuración siguiente:

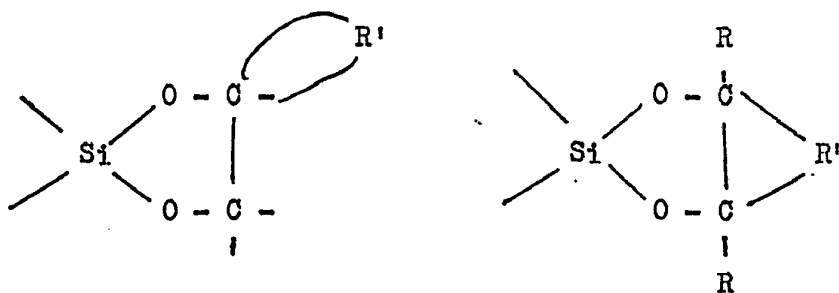
25.





- fórmulas en las que los símbolos R representan radicales hidrocarbonados idénticos o diferentes, sustituidos o no por átomos o grupos no susceptibles de perturbar la vulcanización o la estabilidad en el
5. almacenaje de las composiciones. En esta clase de radicales pueden citarse los radicales alquilo inferiores, tales como metilo, etilo, isopropilo, terciobutilo; alqueno tales como vinilo o alilo; cicloalquilo tales como ciclopentilo, ciclohexilo, metilciclohexilo; los radicales arilo derivados del benceno, tales como fenilo, metilfenilo; aralquilo tales como bencilo o fenetilo.
- 10.

- Además, en estas dos fórmulas, los dos radicales R enlazados por un mismo átomo de carbono o dos radicales R enlazados por uno u otro de los átomos de carbono adyacentes de un ciclo dioxasilaciclopentánico pueden formar en conjunto un radical hidrocarbonado divalente R' o R'' para constituir ciclos. Estas diferentes posibilidades se ilustran en los esquemas siguientes:
- 15.
- 20.

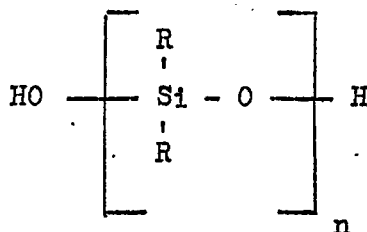


Como ejemplos de ésteres cíclicos utilizables según la invención, pueden citarse más particularmente: el bis (tetrametilendioxi) silano, el



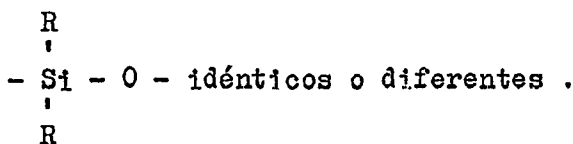
5. bis (dimetil-1,2-dietil-1,2 etilendioxi) silano, el bis (tetraciclohexiletildioxi) silano, el bis (tetrafeniletildioxi) silano, el bis (díciclopentilen-1,1' dioxi) silano, el díciclopentilen-1,1' dioxitetrametil-etilendioxisilano, el bis (dimetil-1,2 ciclopentilen-1,2 dioxi) silano, el tetrametiletildioxi dietoxisilano, el dimetil-1,2 dietil-1,2 etilendioxidimetoxisilano.

10. Los aceites diorganopolisiloxánicos α, ω -dihidroxilados vulcanizables en elastómeros con ayuda de compuestos (I) ó (II) en presencia de agua son compuestos de fórmula general:



15. en la que los símbolos R se definen como anteriormente y n representa un número entero comprendido entre 20 y 2.500, preferentemente entre 100 y 1.500 .

Estos aceites pueden ser homo o copolímeros, es decir que pueden constituirse por grupos



20. Además, es igualmente posible utilizar mezclas de diversos aceites de pesos moleculares variados.

Las composiciones según la invención, capa-



ces de transformarse en elastómeros por acción de la humedad comprenden:

a) Un aceite diorganopolisiloxánico- α, ω dihidroxilado definido como anteriormente.

5. b) Un ortosilicato cíclico tal como se ha descrito anteriormente.

c) Eventualmente cargas, pigmentos, diluyentes o adyuvantes diversos.

10. La proporción de agente de vulcanización b) con respecto al aceite diorganopolisiloxánico- α, ω hidroxilado es variable según este agente, el aceite utilizado y las características deseadas para el elastómero. De una forma general, resultan convenientes dosis comprendidas entre 0,05 y 10 moléculas, preferentemente entre 0,25 y 5, por grupos OH de aceite.

15. Cuando el ortosilicato cíclico es líquido, puede añadirse solo o asociado a un diluyente. Cuando este éster es sólido, es preferible mezclarle en solución o en estado fundido a la composición, a fin de repartirle de una forma homogénea. Los disolventes o diluyentes particularmente apropiados son los hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos, aromáticos, estando halogenados o no estos hidrocarburos, los éteres, los ésteres o los alcoholes.

20. Las composiciones pueden contener igualmente cargas, pigmentos, diluyentes y adyuvantes diversos. Entre las cargas, se entenderá más especialmente las cargas denominadas reforzadoras como las sílices de combustión y los aerogeles de sílice, de gran superficie, tratadas por un derivado organosilícico tal

25.

30.



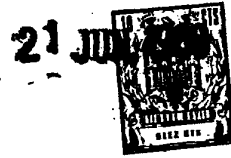
5. como el octametilciclotetrasiloxano. Igualmente pueden utilizarse cargas como las sílices brutas trituradas, cuarzo triturado, alúmina, óxido de titanio, óxido de hierro, óxido de cinc, carbonato de calcio, grafito negro de carbono, cloruro de polivinilo, polvo de corcho. La proporción de las cargas con respecto al aceite diorganopolisiloxánico- α, ω dihidroxilado varía según la naturaleza de estas cargas y las características físicas requeridas para los elastómeros.
10. Cuando la composición es demasiado viscosa, se pueden adicionar diversos diluyentes elegidos preferentemente entre los hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos halogenados o no, tales como el hexano, heptano, isoctano, ciclohexano, metilciclohexano,
15. cloroformo, dicloro-1,2 etano, tricloroetileno los hidrocarburos aromáticos halogenados o no tales como el benceno, tolueno o el clorobenceno, los éteres como el óxido de propilo o de butilo, los ésteres como el acetato de metilo o de etilo, los alcoholes tales como
20. el metano, etanol, isopropanol o el terciobutanol. Igualmente es posible diluir la mezcla con aceites diorganopolisiloxánicos que no comprenden grupos hidroxilados o con diorganopolisiloxanos cíclicos tales como el octametilciclotetrasiloxano.
25. Aunque su presencia no es absolutamente indispensable en los usos corrientes, puede añadirse igualmente una reducida cantidad de aceleradores cuando se desea obtener una gran velocidad de vulcanización. Entre las sustancias que presentan esta propiedad,
30. pueden citarse los ácidos orgánicos o minerales

21 JUN 1959



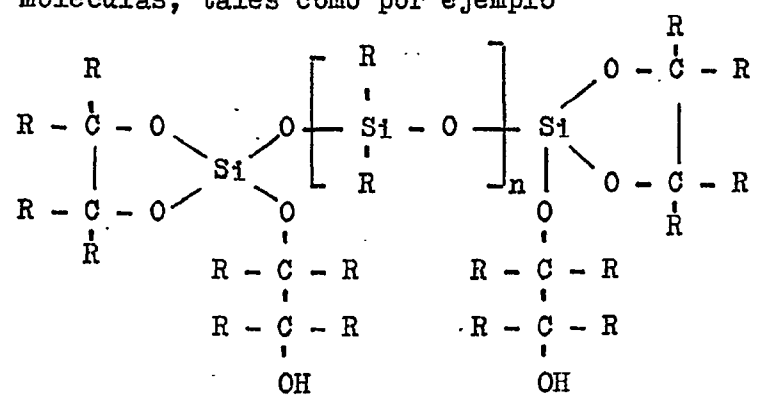
tales como los ácidos clorhídrico o acético.

- Estas composiciones se obtienen fácilmente por mezcla del aceite diorganopolisiloxánico- α, ω hidroxilado, con eventualmente cargas, pigmentos, diluyentes y adyuvantes diversos y el agente de vulcanización, operando a temperatura ambiente o calentando ligeramente. Cuando estas composiciones están destinadas a un uso inmediato esta mezcla puede ejecutarse sin precaución particular, en especial sin buscar una ausencia total de agua. Pero también se pueden, con reactivos considerados, obtener composiciones estables en el almacenamiento y que pueden acumularse durante meses, a condición de utilizar productos exentos de agua y efectuando su mezcla en atmósfera anhidra. Para proporciones de ortosilicato poco importantes se puede, incluso operando en ausencia total de agua, notar un cierto aumento de viscosidad de la mezcla, por otra parte limitada y progresiva, pero una vez esta viscosidad estabilizada no evoluciona ya de tal forma que la composición permanece sustraída a la acción del agua. Para la constitución de las composiciones destinadas a un empleo diferido puede resultar entonces necesario ajustar la proporción de ortosilicato y/o recurrir al uso de un diluyente para tener finalmente una composición a una proporción o grado de viscosidad compatible con su uso. Prácticamente para estas composiciones puede resultar preferible utilizar al menos dos moles de ortosilicato cíclico por mol de aceite diorganopolisiloxánico- α, ω dihidroxilado.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



5. Cuando se deseen obtener composiciones cargadas estables al almacenamiento, es preferible mezclar primeramente el aceite y las cargas, secar cuidadosamente la mezcla mediante calentamiento bajo una corriente de gas inerte y después de la refrigeración a temperatura ambiente, añadir un ortosilicato cíclico tal como se ha definido anteriormente. Igualmente es preferible, sobre todo para las composiciones destinadas a experimentar un almacenaje prolongado, llevar la mezcla anhidra así preparada a una temperatura de aproximadamente 120°C durante algunos minutos.
- 10.

15. Debe entenderse que la definición de las composiciones según la invención, dada anteriormente no juzga la forma final bajo la cual las composiciones se encuentran en la mezcla. El ortosilicato puede reaccionar en efecto, en mayor o menor cuantía, con el diorganopolisiloxano dihidroxilado para formar moléculas, tales como por ejemplo



u otras más complejas.

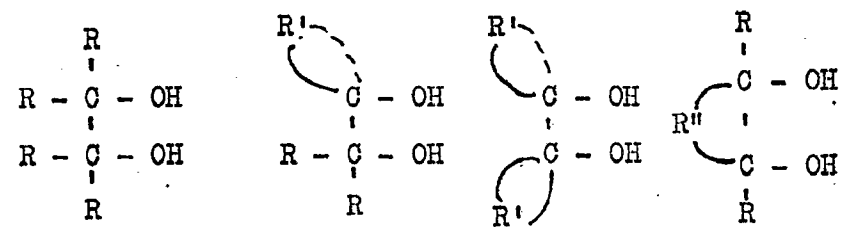
20. En presencia de agua, por ejemplo simplemente bajo la acción de una atmósfera húmeda, las composiciones según la invención reaccionan dando sólidos



elásticos y la vulcanización es tanto más rápida cuanto que para una masa dada estas composiciones presentan una superficie de contacto mayor con el medio húmedo. La vulcanización se produce desde la temperatura ambiente, es decir a 15-25°C, y se desarrolla tanto más rápido cuanto que la temperatura es elevada. Por otra parte depende de la naturaleza de los radicales R, R' y R''; del peso molecular del aceite diorganopolisiloxánico puesto en práctica y del disolvente empleado para disolver el ortosilicato cíclico.

Estas composiciones son utilizables en todas las aplicaciones de enlucido, revestimiento, calafateado, encolado o para la preparación de artículos compuestos, juntas y otros productos elásticos. Presentan un interés particular en el revestimiento de piezas metálicas de uso eléctrico o en las mezclas dentales ya que liberan solamente glicoles durante la vulcanización, es decir sustancias neutras prácticamente desprovistas de propiedades corrosivas frente a los metales o dientes naturales.

Los ortosilicatos cíclicos de fórmula 1 utilizados en las composiciones, pueden prepararse por reacción de los α glicoles representados a continuación.





con el tetracloruro de silicio, en presencia de una base terciaria, para fijar el ácido clorhídrico, como se ha indicado en la patente francesa nº 1.108.242. Igualmente es posible operar por reacción de un ortosilicato de alquilo tal como el ortosilicato de etilo con uno de los α glicoles descritos anteriormente en razón de, como mínimo, dos moléculas de α glicol por cada una de ortosilicato de alquilo, eliminando el alcohol ligero liberado mediante la transesterificación a medida de su formación. Esta operación puede ser llevada en presencia de sodio como catalizador según el método preconizado por HELPFERTCH y REIMANN (Ber. 80 163 (1947)).

Este último procedimiento permite además acceder fácilmente a los ortosilicatos cíclicos mixtos tales como el dicitlopentilen-1,1' dioxitetrametilendioxisilano. En efecto, se puede hacer reaccionar solamente una molécula de α glicol por molécula de ortosilicatos de alquilo, a fin de efectuar una transesterificación parcial, y después terminar la reacción por adición de una mezcla de uno u otro α glicol.

Para preparar los ortosilicatos cíclicos de fórmula II, el método más simple consiste en hacer reaccionar una molécula de uno de los α glicoles mencionados anteriormente, con una molécula de un éster ortosilícido de fórmula $Si(OR)_4$ conduciendo la transesterificación de la forma descrita anteriormente, es decir, eliminando el derivado hidroxilado ROH a medida de su formación y operando en presencia de sodio



como catalizador.

Los ortosilicatos cíclicos así preparados, pueden aislarse por destilación y purificarse mediante recristalización o rectificación a presión atmosférica o bajo presión reducida.

5.

Los ejemplos siguientes, dados a título meramente ilustrativo, muestran la forma en que puede ponerse en práctica la invención. En estos ejemplos la dureza Shore A es medida según la norma ASTM D 676-49 T, y la resistencia al desgarrar según la norma ASTM D 624-49 T probeta A. La resistencia y alargamiento a la rotura se miden con ayuda de probetas en forma de pesas de gimnasia H₃ como se indica en la norma francesa AFNOR T 46 002.

10.

15.

EJEMPLO 1 -

En un mezclador de 250 cm³ de capacidad, se introducen 100 g de aceite dimetilpolisiloxánico α, ω -dihidroxilado que tiene una viscosidad a 25°C igual a 17.700 CPO y una relación ponderal de grupos OH igual a 0,07%. Se lleva a 180°C durante 2 horas bajo una corriente de nitrógeno, a fin de eliminar toda traza de agua, se refrigera a 60°C, se añaden 2,1 g de bis (tetrametiletildioxi) silano y se mantiene, bajo agitación y en atmósfera anhidra, durante 2 horas a esta última temperatura.

20.

25.

La composición refrigerada se expone, en forma de capa de 2 mm de espesor, sobre una placa de vidrio previamente revestida con una solución acuosa de sal de sodio de un sulfato de alcohol secundario, conocido en el comercio bajo la marca "Teepol".

30.



21 JUN. 1969

Al cabo de 15 minutos de exposición al aire ambiente, la muestra no se pega ya superficialmente, despegándose después de 2 horas de su soporte una película transparente y elástica.

5. EJEMPLO 2 -

En un mezclador de 2 litros de capacidad, se introducen:

- 1.000 g de aceite dimetilpolisiloxánico- α, ω dihidroxilado análogo al del ejemplo anterior.

10. - 50 g de sílice de combustión provista de un revestimiento organosilícico mediante tratamiento con octametilciclotetrasiloxano.

-250 g de sílice de diatomeas.

-100 g de octametilciclotetrasiloxano.

15. La mezcla, agitada y puesta bajo corriente de nitrógeno, es a continuación llevada a 180°C y mantenida a esta temperatura durante 2 horas; de esta forma, se eliminan 86 g de octametilciclotetrasiloxano.

20. Después de refrigeración, se extraen 6 fracciones de 131 g cada una, a las cuales se añaden respectivamente los siguientes compuestos:

Fracciones 1 y 2: 2,1 g de bis (tetrametiletildioxi) silano disueltos en 4 cm³ de etanol.

25. Fracción 3: 2,5 g de bis (dimetil-1,2 dietil-1,2 etilendioxi) silano disueltos en 2 cm³ de etanol.

Fracción 4: 2,9 g de bis (díciclopentilen-1,1'dioxi) silano disueltos en 8 cm³ de etanol.

30. Fracción 5: 1,9 g de tetrametiletildioxidietoxisilano.



Fracción 6: a título comparativo se incorporan 1,7 g de ortosilicato de etilo.

Cada fracción es a continuación sometida a un calentamiento a 60°C durante 2 horas. Todas estas operaciones se desarrollan en ausencia de humedad.

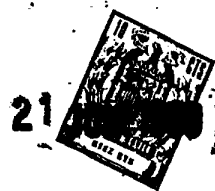
5.

La fracción 1 se conserva al amparo del aire húmedo y las otras cinco se exponen sobre una placa de vidrio como se ha indicado en el ejemplo 1. Las diferentes velocidades de vulcanización registradas se resumen en el cuadro siguiente:

10.

Número de	Tiempo de toma superficial	Tiempo necesario para el despegado de la película
2	5 minutos	1 horas 45 mn
3		5 días
15. 4	10 minutos	3 horas
5	10 minutos	1 hora 15 mn
20. 6	después de 3 días de exposición la superficie permanece tan pegadiza como de partida	

Después de una semana las películas procedentes de las fracciones 2, 3, 4 y 5 poseen las propiedades mecánicas siguientes:



Elastóme- ro proce- dente de la fracción nº	Dureza Shore A	Resistencia a la rotura en kg/cm ²	Alargamiento a la rotura en %	Resistencia al desgarre en kg/cm.
5. 2	40	28	290	8,7
3	45	9	530	6,6
4	40	19	420	6,5
5	40	25	380	6,9

10. La fracción 1 se conserva perfectamente después de almacenamiento durante un mes y medio al amparo de la humedad. Al cabo de este lapso de tiempo, la exposición al aire de la composición conduce a un elastómero cuyas propiedades mecánicas son idénticas a las de una película de la fracción 2.

15. Los agentes de vulcanización empleados en las fracciones 3, 4 y 5 se obtienen de la forma siguiente:

a) Preparación del bis (dimetil-1,2 dietil-1,2 etilendioxi) silano.

20. En un matraz de 500 cm³ equipado de un sistema de destilación y dispuesto bajo atmósfera de nitrógeno, se introducen 162,6 g (1,12 moles) de dietil-2,3 dihidroxi-2,3 butano, 116,5 g (0,56 moles) de ortosilicato de etilo y 0,1 g de sodio. La mezcla se calienta progresivamente hasta 200-210°C destilando a la vez el etanol formado durante la reacción. La

25.



mezcla es a continuación refrigerada y, mediante rectificación bajo una presión reducida de 0,3 mm de mercurio, se obtienen a 120° - 125°C, 81,5 g de bis (dimetil-1,2 dietil-1,2 etilendioxi) silano que posee las constantes físicas siguientes:

5.

$$n_D^{20} = 1,4595$$

$$d_4^{20} = 1,013$$

b) Preparación de bis (díciclopentilen-1,1' dioxi) silano.

10.

En un matraz de 250 cm³, equipado de un sistema de destilación y dispuesto bajo atmósfera de nitrógeno, se introducen 34 g (0,20 moles) de dihidroxi-1,1' díciclopentilo y 20,8 g (0,10 moles) de ortosilicato de etilo. Se calienta hasta 120°C para homogeneizar la mezcla y después se añaden 0,1 g de sodio. La temperatura es progresivamente llevada a 170°C y después se mantiene durante 8 horas 30 minutos a esta temperatura, destilando a la vez el etanol a medida de su formación.

15.

20.

El producto reaccional es a continuación rectificado y se recogen 30,5 g de bis (díciclopentilen-1,1' dioxi) silano que destila a 160° - 170°C bajo una presión reducida de 0,5 mm de mercurio. El punto de fusión de este éster es de 142°C.

25.

c) Preparación del tetrametiletilendioxidietoxisilano.

30.

En un matraz de 250 cm³, equipado de un sistema de destilación y dispuesto bajo atmósfera de nitrógeno, se introducen 104 g (0,5 moles) de ortosilicato de etilo, 59 g (0,5 moles) de pinacol y 0,2 g de sodio.



Se calienta a 160°C durante 4 horas destilando el etanol formado y, mediante rectificación de la mezcla bajo una presión reducida a 18 mm de mercurio, se obtienen, entre 110° y 120°C, 26,5 g de tetrametiletiledi-

- 5. oxidietoxisilano que presenta las características físicas siguientes:

$$n_D^{20} = 1,4142$$

$$d_4^{20} = 0,966$$

EJEMPLO 3 -

- 10. Se toman dos nuevas fracciones de 131 g cada una de mezcla cargada obtenida en el ejemplo 2. Se incorporan a la primera (fracción a) 2,1 g de bis (tetrametiletiledioxi) silano disueltos en 4 cm³ de etanol y a la segunda (fracción b) 2,1 g de bis (tetrametiletiledioxi) silano disueltos en 4 cm³ de éter. Cada fracción es homogeneizada por agitación durante 15 minutos a temperatura ambiente (25°C) y al amparo de la humedad.

- 15. Cada fracción es expuesta sobre una placa de vidrio y a la humedad del aire como se indica en el ejemplo 1. Las velocidades de vulcanización y las propiedades mecánicas de las películas obtenidas se expresan en los siguientes cuadros.

25

	Tiempo de puesta en superficie	Tiempo necesario para el despegado de la película
Fracción (a)	30 minutos	4 horas
Fracción (b)	5 minutos	3 horas



	Dureza Shore A	Resistencia a la rotura en kg/cm ²	Alargamiento a la rotura en %	Resistencia al desgarre en kg/cm.
5. Fracción (a)	40	20	320	6,8
Fracción (b)	40	23	310	6,9

EJEMPLO 4 -

Se mezclan

- 100 g de un aceite organopolisiloxánico

10. *d,w* dihidroxilado que contiene en peso 85 g de unidades dimetilsiloxi para 15 g de unidades metilvinilsiloxi cuya viscosidad a 25°C es de 58.260 centipoises y la relación ponderal de grupos OH es de 0,058%.

- 5 g de sílice de combustión

- 25 g de sílice de diatomeas

15. - 40 cm³ de octametilciclotetrasiloxano.

La mezcla homogeneizada, dispuesta en atmósfera de nitrógeno se calienta durante 2 horas a 180°C, operación durante la cual se destilan 32 cm³ de octametilciclotetrasiloxano. Se refrigera a 60°C, se añaden 1,8 g de bis (tetrametiletildioxi) silano disueltos en 4 cm³ de etanol y se mantiene durante 2 horas a esta temperatura.

20. Se realiza una película como se indica en el ejemplo 1, en cuya toma de superficie interviene después de 5 minutos de exposición al aire ambiente. Esta película es susceptible de despegarse de su soporte al cabo de 2 horas.

25.



-19-

Después de una semana el elastómero presenta las propiedades siguientes:

5.	Dureza Shore A	46
	Resistencia a la rotura	20 kg/cm ²
	Alargamiento a la rotura	300 %
	Resistencia al desgarre	9 kg/cm

EJEMPLO 5 -

10. Se opera como en el ejemplo anterior con 100 g de un aceite organopolisiloxánico α, ω -dihidroxiado que contiene en peso 85 g de unidades dimetilsiloxi para 15 g de unidades difenilsiloxi de viscosidad 42.000 centipoises a 25°C, cuya relación ponderal de grupos OH es de 0,06%.

15. Se utilizan 2 g de bis (tetrametiletiledioxi)silano.

Una película realizada como en el ejemplo 1, seca superficialmente después de 8 minutos de exposición al aire ambiente y puede despegarse al cabo de 2 horas.

20. Esta película presenta las propiedades mecánicas siguientes:

25.	Dureza Shore A	48
	Resistencia a la rotura	15 kg/cm ²
	Alargamiento a la rotura	380 %
	Resistencia al desgarre	7,5 kg/cm

EJEMPLO 6 -

30. Se opera como en el ejemplo 4 con 1,1 g de bis (tetrametiletiledioxi) silano disueltos en 2 cm³ de etanol y un aceite dimetilpolisiloxánico α, ω -dihidroxiado de viscosidad 100.000 centipoises a 25°C,



que contiene 0,033% en peso de grupos OH.

La película obtenida seca superficialmente en 2 minutos y puede despegarse de su soporte después de 1 hora 30 minutos. Las características mecánicas de esta película son las siguientes:

5.

Resistencia a la rotura	23,5 kg/cm ²
Alargamiento a la rotura	380 %
Resistencia al desgarre	7,5 kg/cm

EJEMPLO 7 -

10.

Se preparan dos fracciones de 131 g cada una, como se describe en el ejemplo 2, a las que se añaden respectivamente 2,5 g de bis (dimetil-1,2 divinil-1,2 etilendioxi)silano disueltos en 4 cm³ de etanol (fracción A) y 5,7 g de bis(dimetil-1,2 difenil-1,2 etilendioxi)silano disueltos en 8 cm³ de etanol (fracción B).

15.

Las películas obtenidas a partir de estas dos fracciones presentan las propiedades mecánicas siguientes:

20.

	Fracción A	Fracción B
Resistencia a la rotura	27 kg/cm ²	24 kg/cm ²
Alargamiento a la rotura	360 %	410 %
Resistencia al desgarre	7,7 kg/cm	10 kg/cm

N O T A

25.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Francia

30.

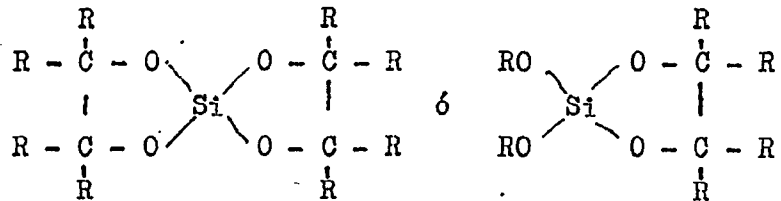


nº PV. 121.197 de 15 de septiembre de 1.967 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES ORGANOSILICICAS VULCANIZABLES EN ELASTOMEROS A TEMPERATURA ORDINARIA; caracterizándose por lo siguiente:

5.

10.

1ª - Procedimiento para la preparación de composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros a temperatura ordinaria en presencia de agua al estado líquido o vapor, caracterizado porque se mezcla un aceite diorganopilimiloxánico α, ω -dihidroxiado y un ortosilicato de fórmula



15.

fórmulas en las que los símbolos R representan radicales hidrocarbonados idénticos o diferentes, eventualmente sustituidos, dos radicales R enlazados a un mismo átomo de carbono, o dos radicales R enlazados respectivamente a uno u otro de los átomos de carbono adyacentes, pueden representar en conjunto un radical hidrocarbonado divalente y eventualmente cargas, pigmentos y adyuvantes diversos.

20.

25.

2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª de preparación de composiciones organosilícicas exentas de agua, estables al almacenaje en ausencia de humedad y vulcanizables a temperatura ambiente en presencia de agua al estado líquido o vapor, carac-



terizado porque se efectúa el procedimiento en condiciones que excluyen la presencia de agua.

5. 3ª - Procedimiento para la preparación de composiciones organosilícicas vulcanizables en elastómeros a temperatura ordinaria, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 JUN. 1969

RHONE-POULENC S.A.,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmador: GARCIA BRAVO