

PATENTE DE INVENCION

ICI Case No. 20663

=====

C08G 47/02, C09D 3/32, D21H 1/28, 1/40

360627

Memoria Descriptiva

sobre:



"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA
COMPOSICION DE REVESTIMIENTO A BASE DE OR-
GANOPOLISILOXANOS"

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad ingle-
sa, residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, S.W.1. Inglaterra.

El presente invento se refiere a un procedi-
miento para la producción de nuevas y útiles compo-
siciones de tratamiento y, más particularmente de com-
posiciones de tratamiento apropiadas para su empleo
5. sobre películas para proporcionar propiedades de li-



beración y que se hallan basadas en órganopolisiloxanos.

- Se ha empleado una amplia variedad de composiciones basadas en órganopolisiloxanos para el tratamiento de películas de papel, láminas metálicas y películas sintéticas tales como, por ejemplo, poliolefinas, poliésteres, cloruro de polivinilo o poliamidas, para proporcionar una superficie con buenas propiedades de liberación que pueda ser usada como soporte protector para artículos revestidos con adhesivos. Entre las composiciones propuestas se encuentran mezclas de resinas de órganopolisiloxano y órganopolisiloxanos capaces de curarse para formar un elastómero. Muchas de estas composiciones tienen muy buenas propiedades de liberación y debido a esto son inapropiadas para ciertos tipos de artículos revestidos con ciertos tipos de adhesivo, dado que, en muchas circunstancias, el artículo se libera con excesiva facilidad y en otros casos las propiedades de liberación de un papel revestido u otro tipo de película se deterioran por envejecimiento.
- De acuerdo con el presente invento, una nueva y útil composición apropiada para revestir papel u otras películas o láminas, comprende un organohidrógenopolisiloxano, un diorganopolisiloxano lineal que tiene grupos hidroxilo terminales o grupos fácilmente hidrolizables a grupos hidroxilo, una resina de polisiloxano, un compuesto amino y un compuesto de estaño, estando presente dicho organohidrógenopolisiloxano en cantidades comprendidas entre 3 a 20 partes en peso por cada 100 partes en peso de dicho diorganopolisiloxano, comprendiéndose entre 1 y 99 partes en peso de dicho diorganopolisiloxano por cada 100 partes en peso de diorganopolisiloxano más resina de
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

13 E 1 1960



polisiloxano y estando presente el compuesto amino y el compuesto de estaño en cantidades de 1 a 20 partes en peso por cada cien partes en peso de los polisiloxanos totales.

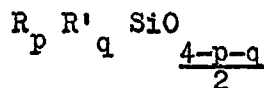
5. El organohidrógenopolisiloxano puede ser lineal o cíclico y puede presentar una amplia variación de pesos moleculares, por ejemplo, puede ser de una viscosidad des de 2 a 1.000 cP a 25°C. Sin embargo, se prefiere generalmente que tenga una viscosidad comprendida entre 5 y 50
10. cP a 25°C y también se prefiere que sea lineal. Los grupos terminales en el organohidrógenopolisiloxano, cuando se encuentren presentes, pueden ser grupos triorganosililo, diorganohidrógenosililo o diorganohidroxisililo. Los grupos orgánicos en el organohidrógenopolisiloxano, no
15. todos los cuales necesitan ser iguales, pueden ser alquilo, arilo, aralquilo, alcarilo, alquenilo, cicloalquilo, cicloalquenilo, así como los mismos conteniendo substituyentes. Se prefiere generalmente que los grupos orgánicos sean alquilo. Los grupos apropiados que pueden hallarse
20. presente incluyen, por ejemplo, metilo, etilo, vinilo, alilo, fenilo, trifluorpropilo, clorofenilo, cianoetilo y cianopropilo. Se prefiere, sin embargo, que al menos la mayor proporción de los grupos orgánicos sean metilo. Se prefiere además que el organohidrógenopolisiloxano com
25. prenda esencialmente unidades metilhidrógenopolisiloxanilo y que esté terminado en trimetisililo.

30. El diorganopolisiloxano puede tener un peso molecular dentro de una gama muy amplia, por ejemplo, puede ser de una viscosidad comprendida entre 100 y 200.000 cP a 25°C. No obstante, se prefiere que tenga una viscosidad



- de 300 a 100.000 cP a 25°C. Cuando los grupos terminales no son hidroxilo pero en cambio son grupos facilmente hidrolizables a grupos hidroxilo, ellos pueden ser, por ejemplo, grupos alcoxi, ariloxi o aciloxi así como metoxi, etoxi, butoxi, fenoxi y acetoxi. Es suficiente tener uno de dichos grupos a cada extremo de la cadena polixiloxano y se prefiere en realidad que normalmente no haya más que uno de dichos grupos en cada extremo. Los grupos orgánicos restantes en el diorganopolisiloxano pueden ser,
5. por ejemplo, alquilo, arilo, alquenilo, alcarilo, aralquilo, cicloalquilo o cicloalquenilo, así como estos conteniendo substituyentes tales como, por ejemplo, grupos ciano, cloro o fluor. Los grupos orgánicos apropiados incluyen, por ejemplo, almetilo, etilo, vinilo, alilo, fenilo,
10. trifluorpropilo, clorofenilo, cianoetilo y cianopropilo. Se prefiere en general, no obstante, que al menos la mayor proporción de grupos orgánicos sean metilo. Se prefiere en general también que el diorganopolisiloxano se halle presente en cantidades desde 25 a 75 partes en peso por
15. cada 100 partes en peso del diorganopolisiloxano más la resina de polisiloxano.
- 20.

Las resinas organopolisiloxánicas que pueden ser empleadas son preferentemente aquellas que tienen la fórmula general promedio:



25. en la que R es un grupo hidrocarbilo tal como alquilo, arilo, alcarilo, aralquilo o alquenilo, como por ejemplo, metilo, etilo, vinilo, alilo, fenilo, bencilo o hexilo, R' es un grupo alcoxi con hasta 6 átomos de carbono o un grupo hidroxilo, p es no inferior a 0,9, q es desde 0 ha-



ta 0,8 y $p + q$ es desde 0,9 a 1,7.

- Se prefiere para algunos proósitos a los grupos fenilo con o sin grupos metilo para el grupo R, pero en general el grupo más preferido es un grupo metilo. Los grupos apropiados R' deben ser hidroxilo, metoxilo, etoxilo, propanoxilo y butoxilo. Se prefiere generalmente que R' sea hidroxilo, metoxilo o butoxilo. Las resinas empleadas pueden ser aquellas capaces de curar a temperatura elevada, pero en general se prefiere emplear una resina de secado al aire, es decir, una que cura hasta un estado no adherente a temperaturas bajas, por ejemplo, 20 a 100°C.
- 5.
- 10.

- En las composiciones del invento pueden emplearse una amplia variedad de compuestos amino y éstos deben tener una constante de disociación básica mayor que 10^{-9} a 20°C, y preferentemente mayor que 10^{-5} a 20°C. Los compuestos amino que pueden emplearse comprenden aminas alifáticas primarias, secundarias y terciarias, aminoalcoxisilanos y aminoalcoxipolisiloxanos, tales como por ejemplo, butilamina, dietilamina, trietilamina, dietanolamina, octilamina, octadecilamina, piperidina, morfelina, trietilendiamina, trietilontetramina, tetraetilenpentamina, tetrametiltriethylentotramina, pentametiltrioetilentetramina, heptametiltetraetilenpentamina, metiltri(aminoetoxi) silano, tetra(aminoetoxi) silano y metiltri(N,N-dietilaminoetoxi) silano. Los compuestos amino preferidos son tetraetilenpentamina, heptametiltetraetilenpentamina y metilaminotoxipolisiloxanos, especialmente metil(N,N-dimetilaminoetoxi)polisiloxanos.
- 15.
- 20.
- 25.

- El compuesto de estaño empleado como catalizador puede ser un acilato, un acilato orgánico, alcoxido de
- 30.



organoestaño y oxima de organoestaño, por ejemplo, octoato estannoso, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dibutilestaño, dioctato de dioctilestaño, dibutoxido de dibutilestaño, diacetato de tetrabutildiestannoxano, diacetato de tetraoctildiestannoxano, dibenzaldoxima de dibutilestaño o dibenzaldoxima de tetrabutildiestannoxano. Se prefiere generalmente el diacetato y el dilaurato de dibutilestaño.

Las composiciones del invento se disuelven normalmente en un disolvente, aun cuando éste no siempre es necesario. De emplearse el disolvente puede ser, por ejemplo, un hidrocarburo aromático o alifático, un éter, éster, cetona o alcohol. Los disolventes apropiados que se pueden emplear incluyen, por ejemplo, al tolueno, xileno, fracciones de petróleo, metiletilcetona, acetona, isopranel y acetato de etilo. Pueden emplearse proporciones de disolvente dentro de una amplia gama, por ejemplo, las soluciones pueden contener desde 1 a 50 partes en peso en sólidos por 100 partes del peso total de la solución. No obstante, se prefiere en general que tenga de 3 a 10 partes en peso por 100 partes del peso total de solución. Los disolventes preferidos son tolueno y xileno.

Las composiciones del invento pueden también, si se desea contener otros aditivos tales como, por ejemplo, agentes espesadores. Tales agentes incluyen, por ejemplo, etilcelulosa.

Las composiciones del invento tienen la ventaja de ser apropiadas para recubrir papel u otras películas u hojas que se emplean como soporte protector para artículos revestidos con adhesivos, y no ocasionarán un des-



prendimiento prematura indeseado en tanto que las propiedades de liberación de la película recubierta no se deteriorará o cambiará sustancialmente al envejecer.

El invento queda ilustrado en los siguientes ejemplos, donde todas las partes y porcentajes son en peso.

Los procedimientos de ensayo empleados en los ejemplos fueron como sigue:

1. Liberación inicial (LI) Laminados de cinta adhesiva de 2,5 cm. de ancho y recubierta con una película de la composición, se mantuvieron bajo presión de 189 gr/cm^2 a 22°C durante 20 horas. Luego se separaron a una velocidad de despegue de 30 cm por minuto y se determinó la carga en gramos para que esto ocurriera.
2. Edad acelerada (EA) Laminados de cinta adhesiva de 2,5 cm de ancho y recubiertas con una película de la composición se mantuvieron bajo una presión de $0,07 \text{ kg/cm}^2$ a 60°C durante 20 horas. Luego se separaron los laminados a una velocidad de despegue de 20cm por minuto y se determinó la carga en gramos para que esto ocurriera.
3. Adherencia subsiguiente (AS) A una cinta adhesiva recuperada de un ensayo de envejecimiento acelerado se la comprimió contra la cara inferior de una placa de vidrio horizontal. Se aplicó luego una carga de 100 gr. a la cinta y se midió el tiempo necesario para que la cinta se desprendiera en una longitud de 7,5 cm.



13 ENE 1960

Ejemplo 1

Se prepararon cinco soluciones, A-E, con la composición descrita en la siguiente Tabla 1.

Tabla 1

| | Partes | | | | |
|---|--------|------|------|------|------|
| | A | B | C | D | E |
| Dimetilpolisiloxano terminado en hidroxilo (500 cP a 25°C) | - | 0,7 | 1,7 | 3,5 | 5,3 |
| Resina de metilpolisiloxano (Me/Si = 1,1/1 (30 cP a 25°C - 33% solidos) | 7,0 | 6,3 | 5,3 | 3,5 | 1,7 |
| Metilhidrógenopolisiloxano lineal (11 cP a 25°C) | 0,45 | 0,45 | 0,45 | 0,45 | 0,45 |
| Etilcelulosa | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| Isopropanol | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 |
| Tolueno | 88 | 88 | 88 | 88 | 88 |

5. Las cinco soluciones A-E contenían resina de metilpolisiloxano y dimetilpolisiloxano terminado en hidroxilo, en proporciones 100:0, 90:10, 76:24, 50:50 y 24:76 respectivamente. Cada solución fue dividida en dos partes iguales y en cada porción se agregó 0,5 partes de diacetato de dibutilestaño por cada 100 partes de solución, en tanto que a una porción de cada solución se agregaron también 0,5 partes de un amonoetoximetilpolisiloxano, preparado según se describe más adelante, por cada 100 partes de solución para dar cuatro composiciones conforme al invento y seis distintas a él.
- 10.



13 ENE 1969

- Papel de pergamino vegetal se recubrió con las diez soluciones así obtenidas, empleando una barra de recubrimiento Mayor N^o 10 de la manera convencional. Se evaporó el disolvente y la composición fue curada calentando en un horno a 120°C durante 30 segundos.
- 5.

Los papeles recubiertos con las soluciones que contenían las composiciones de aminoetoximetilpolisiloxano de acuerdo con el invento mostraron una resistencia a la abrasión marcadamente superior al resto.

10. Después de permanecer a 20°C durante un día, los papeles fueron convertidos en laminados con cintas adhesivas Sellotape (S), tal como las vende Sellotape Products, Londres y Takstrip (T) tal como las vende Samuel Jones & Co. Ltd., Londres y se determinó las características de liberación de los revestimientos, de la manera descrita. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 2.
- 15.



Tabla 2

| Solución | Relación resina: siloxano terminado en OH | Cinta de ensayo | Sin compuesto amino (distinto al invento). | | | Con compuesto amino (conforme al invento) | | |
|----------|---|-----------------|--|------------|----------|---|------------|----------|
| | | | liberac.g/2,5cm | | (AS) | liberac.g/2,5cm | | (AS) |
| | | | LI | EA | seg. | LI | EA | seg. |
| A | 100:0 | S T | 500 500 | 600 700 | - - | 600 700 | 600 700 | - - |
| B | 90:10 | S T | 5 25 | 150 100 | - 455 | 60-80 70-80 | 220 160 | - 470 |
| C | 76:24 | S T | 3 26 | 60 65 | - - | 90 70 | 220 220 | - - |
| D | 50:50 | S T | 3 12 | 30 45 | - 198 | 40-60 50-60 | 170 150 | - 430 |
| E | 24:76 | S T | 1 10 | 10 30 | - 180 | 40-60 20 | 80 80 | - 360 |

Distinto al invento

Estos resultados muestran que la adición del amonoetoximetilpolisiloxano, además de mejorar grandemente la resistencia a la abrasión de los revestimientos, ha incrementado considerablemente la carga de liberación. Para lograr una gama similar de valores de liberación en ausencia del compuesto amino, se requiere una relación de resina superior a 90:10. Cuando se emplean contenidos en resina tan altos, las cargas de liberación resultan muy afectadas por pequeños cambios en el contenido en resina y es extremadamente difícil obtener en la práctica un valor de liberación deseado, por este método. Una ventaja ulterior que surge por el uso del compuesto amino es el mejoramiento de las cifras de adhesión subsiguiente obtenidas por revestimientos que contienen menor cantidad de resina.

13 ENE



Preparación de aminoetoximetilpolisiloxano.

Se preparó el amonoetoximetilpolisiloxano haciendo reaccionar aminoetanol con el metilhidrógenopolisiloxano empleado en la preparación de las soluciones A-E, en la proporción de 1 mol de amonoetanol por cada átomo-gramo de hidrógeno enlazado a silicio en el metilpolisiloxano. El aminoetoximetilpolisiloxano se preparó de la siguiente manera:

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- Una mezcla de 122 partes de etanolamina y 122 partes de tolueno fue agitada a 22°C, y 120 partes de un metilpolisiloxano lineal con una viscosidad de 20 cP a 25°C, preparado por cohidrólisis de 3,5 partes de trimetilclorosilano a 96,5 partes de metildiclorosilano, agregadas lentamente a la misma durante un período de 2 horas. Se produjo una vigorosa evolución de hidrógeno y como consecuencia la mezcla de reacción aumentó en temperatura. Se agregaron adicionalmente unas 120 partes de tolueno después de completar la adición del metilpolisiloxano, y la mezcla se agitó durante otras tres horas. La solución así obtenida contenía 50% del aminoetoxipolisiloxano.

Ejemplo 2.

- 25.
- Se prepararon dos soluciones, F y G, de composición similar a la de la solución D en el Ejemplo 1, excepto que se empleó en F un dimetilpolisiloxano terminado en hidroxilo de viscosidad 4.000 cP a 25°C, y en G se empleó otro de viscosidad 60.000 cP a 25°C.

- 30.
- Se dividió cada una de las soluciones en dos porciones, agregándose 0,5 partes de diacetato de dibutilestaño por 100 partes de solución, a una de ellas, y 0,5 partes del aminoetoximetilpolisiloxano empleado en el



13

ejemplo 1, por 100 partes de solución, a la segunda porción. Se trató pergamino vegetal con estas soluciones, de la manera descrita en el Ejemplo 1, y se determinaron los valores de liberación de la misma manera que anteriormente, y comparados con aquellas de la solución D, Ejemplo 1. Los valores quedan dados en la Tabla 3.

| Solución | Viscosidad (cP 25°C) siloxano term.en OH | Cinta de ensayo | Sin compuesto amino | | | Con compuesto amino | | |
|----------|--|-----------------|---------------------|----|------|---------------------|-----|------|
| | | | Liberac.g/2,5cm | | AS | Liberac.g/2,5cm | | AS |
| | | | LI | EA | seg. | LI | EA | seg. |
| D | 500 | S T | 3 | 30 | - | 40-60 | 170 | - |
| | | | 12 | 45 | 198 | 50-60 | 150 | 430 |
| F | 4000 | S T | 1 | 30 | - | 35 | 100 | - |
| | | | 12 | 30 | 300 | 18 | 85 | 425 |
| G | 6000 | S T | 1 | 12 | - | 12 | 35 | - |
| | | | 8 | 20 | 335 | 10 | 30 | 435 |

Estos resultados muestran que se obtiene una gradación útil en el valor de liberación, cambiando la viscosidad en el dimetilpolisiloxano terminado en hidroxilo de la composición del invento.

Ejemplo 3

Se dividieron 700 partes de la solución D, Ejemplo 1, en siete porciones iguales H a N. A cada porción se agregaron 0,5 partes de diacetato de dibutilestano. Además se agregaron aminas a seis de las soluciones, en las siguientes cantidades:



Solución H sin amina

- " I 0,5 partes de aminoetoximetilpolisiloxano empleado en el Ejemplo 1.
- " J 1,0 parte id.
- 5. " K 0,2 partes de tetraetilenpentamina
- " L 0,3 partes id.
- " M 0,4 partes de piperidina
- " N 0,7 partes id.

10.

Las cifras de liberación inicial obtenidas empleando una cinta adhesiva, sensible a la presión, de resistencia a la adherencia particularmente alta en la manera descrita en el Ejemplo 1, quedan dadas en la Tabla 4.

Tabla 4.

| Solución | H | I | J | K | L | M | N |
|------------------------------|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Liberación inicial (g/2,5cm) | 60 | 130 | 140 | 140 | 160 | 230 | 200 |

15.

Estos resultados muestran que la adición de cada uno de los componentes amino proporciona una marcada elevación en el valor de liberación.

Ejemplo 4.

20.

Se prepararon dos soluciones, P y Q, de composición similar a la de la composición D del Ejemplo 1, excepto que la resina empleada en P fue un metilfenilsiloxano comercialmente asequible con una relación Me:Si de 1:1 y una relación Fenilo:Si de 0,55:1, y la resina empleada en Q fue una resina de metilmetoxisiloxano con una relación Me:Si de 1:1 y una relación MeO:Si de 0,4:1.



5. Se agregaron a ambas soluciones 0,5 partes de diacetato de dibutilestafio y 0,5 partes del aminoetoximetilpolisiloxano empleado en el Ejemplo 1, por 100 partes de solución. Los valores de liberación se obtuvieron de la manera previamente descrita y empleando cintas adhesivas Sellotape y Takstrip, y pueden verse en la Tabla 5.

Tabla 5

| Solución | Cinta | Liberación g/2,5cm | |
|----------|-------|--------------------|-----|
| | | LI | EA |
| P | S | 80 | 160 |
| | T | 20 | 80 |
| Q | S | 40 | 70 |
| | T | 20 | 90 |

Ejemplo 5

10. Se prepararon 13 soluciones consistiendo cada una de 100 partes de solución D del Ejemplo 1 y 0,5 partes de diacetato de tetrabutildiestannoxano. Se agregaron aminas a doce de estas soluciones, en la cantidad mostrada abajo.

| <u>Solución</u> | <u>Cantidad (partes)</u> | <u>Amina</u> |
|-----------------|--------------------------|--|
| 15. 1 | 0 | - |
| 2 | 0,5 | Aminoetoximetilpolisiloxano empleado en el Ejemplo 1 |
| 3 | 0,27 | Etanolamina |
| 4 | 0,40 | Dietafolamina |
| 5 | 0,54 | Trietafolamina |
| 20. 6 | 0,43 | Dietafolaminoetanol |
| 7 | 0,28 | n-butilamina |



| | <u>Solución</u> | <u>Cantidad (partes)</u> | <u>Amina</u> |
|----|-----------------|--------------------------|---------------------|
| | 8 | 0,28 | Dietilamina |
| | 9 | 0,49 | Trietilamina |
| | 10 | 0,33 | Morfolina |
| 5. | 11 | 0,79 | Tetradecilamina |
| | 12 | 0,22 | Diazabicyclo-octano |
| | 13 | 0,11 | Etilenodiamina |

10. Los valores de liberación inicial y envejecimiento acelerado de películas preparadas con estas composiciones, fueron determinados de la manera descrita en el Ejemplo 1 y empleando una cinta adhesiva, sensible a la presión de elevada resistencia a la adherencia, tal como la empleada en el Ejemplo 3 y mostrados en la Tabla 6.

15. Agregados como soluciones al 50% en isopropanol debido a insolubilidad en tolueno.

Tabla 6

| Solución | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
|------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Liberación inicial (g/2,5cm) | 55 | 75 | 65 | 80 | 65 | 85 | 80 | 90 | 80 | 60 | 90 | 65 | 95 |
| Edad acelerada (g/2,5cm) | 100 | 180 | 140 | 180 | 130 | 160 | 170 | 200 | 155 | 150 | 200 | 150 | 210 |

Ejemplo 6

20. Se hicieron 12 soluciones (14 a 25) consistiendo cada una en 100 partes de solución D, Ejemplo 1, 0,5 partes del compuesto de estaño mostrado en la Tabla 7, y una amina tal como se muestra en la Tabla 7.



Tabla 7

13

| Solución | Compuesto de estaño | Amina | |
|----------|---|--------------------------------|---|
| | | Tetraetilenpentamina partes | Aminoalcoxipoli- siloxano como el empleado en el Ejemplo 1 partes |
| 14 | Octoato estannoso | 0,12 | - |
| 15 | " " | - | 0,45 |
| 16 | Dilaurato de dibu- tilestaño | 0,18 | - |
| 17 | " " | - | 0,35 |
| 18 | Diocato de dibu- tilestaño | 0,18 | - |
| 19 | " " | - | 0,35 |
| 20 | Diacetato de tetra- butildiéstannoso | 0,31 | - |
| 21 | " " | - | 0,63 |
| 22 | bis(benzaldoxima) de dibutilestaño | 0,28 | - |
| 23 | " " | - | 0,57 |
| 24 | Diacetato de dibu- tilestaño | 0,28 | - |
| 25 | " " | - | 0,57 |

Los valores de liberación inicial y envejecimiento accele-
rado de películas preparadas con estas composiciones, fue-
ron determinados de la manera descrita en el Ejemplo 1
empleando cinta adhesiva Takstrip, y se dan en la Tabla 8.



Tabla 8

| Solución | Tetraetilenepentamina | | Aminoalcoxipoliestannoxano | |
|----------|-----------------------|-------------|----------------------------|-------------|
| | LI(g/2,5cm) | EA(g/2,5cm) | LI (g/2,5cm) | EA(g/2,5cm) |
| 14 | 135 | 370 | - | - |
| 15 | - | - | 130 | 270 |
| 16 | 45 | 135 | - | - |
| 17 | - | - | 75 | 150 |
| 18 | 60 | 160 | - | - |
| 19 | - | - | 70 | 200 |
| 20 | 95 | 240 | - | - |
| 21 | - | - | 95 | 190 |
| 22 | 85 | 170 | - | - |
| 23 | - | - | 75 | 165 |
| 24 | 90 | 190 | - | - |
| 25 | - | - | 85 | 190 |

- N O T A -

5. 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 Inglaterra con fecha 24 de noviembre de 1967, nº 53634/67, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia

10.



13 ENE 1959

del referido invento y por lo que se solicita patente de invención por 20 años, en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO A BASE DE ORGANOPOLISILOXANOS", caracterizándose por lo siguiente:

5.

1ª.- Procedimiento para la preparación de una composición de revestimiento a base de organopolisiloxanos, caracterizado porque comprende mezclar un organohidrogenopolisiloxano, un diorganopolisiloxano lineal que tiene grupos terminales hidroxilo o grupos fácilmente hidrolizables a éstos, una resina de polisiloxano, un compuesto amino y un compuesto de estaño, efectuándose la citada mezcla en forma tal que el citado organohidrogenopolisiloxano se encuentre presente en cantidades comprendidas entre 3 y 20 partes en peso por cada 100 partes en peso del diorganopolisiloxano, éste último en una cantidad comprendida entre 1 a 99, preferentemente entre 25 y 75 partes en peso por cada 100 partes en peso de diorganopolisiloxano más resina de polisiloxano, y el compuesto amino y el compuesto de estaño ambos en una cantidad comprendida entre 1 y 20 partes en peso por cada 100 partes en peso de polisiloxanos totales.

10.

15.

20.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como organohidrogenopolisiloxano se mezcla uno que posea una viscosidad comprendida entre 2 y 2000 cP, preferentemente entre 5 y 50 cP, a 25°C.

25.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como organohidrogenopolisiloxano se añade uno en el que sus grupos orgánicos se seleccionan entre grupos alquilo, arilo, aralquilo,

30.



alcarilo, alquenilo, cicloalquilo y cicloalquenilo, con preferencia elegidos entre metilo, etilo, vinilo, alilo, fenilo, trifluorpropilo, clorofenilo, cianoetilo y cianopropilo.

5. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque como organohidrogenopolisiloxano se mezcla con preferencia uno en el que la mayor proporción de sus grupos orgánicos sean grupos metilo.

10. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque como organohidrogenopolisiloxano se mezcla un siloxano terminado en trimetilsililo compuesto esencialmente de grupos metilhidrogenosiloxanilo.

15. 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como diorganopolisiloxa no se mezcla uno que posea una viscosidad comprendida entre 100 y 200.000 cP, preferentemente comprendida entre 300 y 100.00 cP, a 25°C.

20. 7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como diorganopolisiloxano se añade uno en el que sus grupos terminales se seleccionan entre grupos alcosi, ariloxi y aciloxi, con preferencia elegidos entre metoxi, etoxi, butoxi, fenoxi y acetoxi.

25. 8ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como diorganopolisiloxano se añade uno en el que los restantes grupos orgánicos se seleccionan entre alquilo, arilo, alquenilo, alcarilo, aralquilo, cicloalquilo, cicloalquenilo y grupos derivados de los anteriores por sustitución con sustituyentes elegidos entre ciano, cloro y fluor, con preferen-

30.

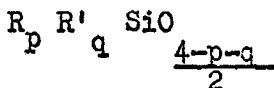
13 ENE



cia elegidos entre metilo, etilo, vinilo, alilo, fenilo, trifluorpropilo, clorofenilo, cianoetilo y cianopropilo.

5. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 8ª, caracterizado porque como diorganopolisiloxano se añade con preferencia uno en el que la mayor proporción de sus grupos orgánicos son grupos metilo.

10ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como resina de organopolisiloxano se añade una de fórmula general promedio:



10. en la que R es un grupo hidrocardilo, con preferencia un grupo seleccionado entre alquilo, arilo, alcarilo, aralquilo y alquenilo, particularmente, elegido entre metilo, etilo, vinilo, arilo, fenilo, bencilo y hexilo, así como un grupo fenilo sustituido con grupos metilo, R' se elige entre grupos alcoxi con hasta 6 átomos de carbono y grupos hidroxil, p es hasta 0,9, q es desde 0 a 0,8 y p+q es de 0,9 a 1,7.

15. 11ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como compuesto amino se añade uno con una constante de disociación básica superior a 10⁻⁹, preferentemente superior a 10⁻⁵, a 20°C.

20. 12ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como compuesto amino se añade uno seleccionado entre una amina alifática primaria, secundaria y terciaria, un aminoalcoxisiloxano y un aminoalcoxipolisiloxano, con preferencia elegido entre tetraetilpentamina, heptametiltetraetilenpentamina y metilaminoetoxipolisiloxano, así como un metil(N,N-dimetilaminoetoxi) polisiloxano.



13 ENE 1959

5. 13ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como catalizador de estaño se añade uno elegido entre un acilato de estaño, un acilato de organoestaño, un alcósido de organoestaño y una oxima de organoestaño.
10. 14ª.- Procedimiento según la reivindicación 13ª, caracterizado porque el catalizador de estaño se selecciona entre diacetato de dibutilestaño y dilautaro de dibutilestaño.
15. 15ª.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la mezcla se efectúa en presencia de un disolvente.
- 16ª.- Procedimiento para la preparación de una composición de revestimiento a base de organopolisiloxanos", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

S. GÓMEZ ACEBO Y MODET
s. p. Firmado: F. Hernández Riba

13 ENE 1959