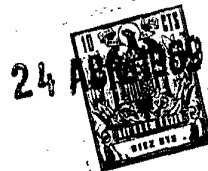


366404

SECCION TECNICA
REGISTRACION I. P. C.
CLASE C 09
SUBCLASE J

PATENTE DE INVENCION

SC 3328.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de composiciones organopolisiloxánicas vulcanizables en caliente".

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

=====

La presente invención tiene por objeto composiciones organopolisiloxánicas vulcanizables en caliente en elastómeros microcelulares auto-ásherentes, los elastómeros vulcanizados resultantes y el empleo de estos elastómeros.

5.



- Ya se ha descrito (patentes francesas 1 204 897, y 1 205 990 y 1 238 946 por ejemplo), elastómeros fusibles, auto-adherentes, preparados a partir de composiciones orgánosilícicas endurecibles en caliente, que contienen un derivado del boro o el producto de reacción de un derivado del boro con un organopolisiloxano. Estos elastómeros, cuando son enrollados con recubrimiento parcial sobre un conductor, se sueldan entre sí al cabo de un cierto tiempo, que puede ir de algunas decenas de minutos a algunas horas. Al cabo de este tiempo, las partes superpuestas de las cintas de elastómeros se sueldan y el enrollamiento se vuelve un manguito continuo. Esta propiedad de auto-adhesión permite utilizar tales elastómeros para formar aislantes eléctricos por simple enrollamiento alrededor de conductores, así como para la reparación de tuberías, cañerías y conductos de cualquier naturaleza. Sin embargo, mientras que la fusión de las diferentes capas de cinta no se ha realizado, tales enrollamientos son susceptibles de deshacerse, bajo el efecto de frotamientos ó trepidaciones por ejemplo.
- Por otra parte, se sabe que tales elastómeros auto-adherentes se adhieren poco ó no se adhieren sobre otros materiales (patente francesa 1 204 897) y, en particular, que presentan frente a elastómeros siliconados usuales una adherencia pequeña que no resiste esfuerzos de despegado un poco importantes. Este inconveniente elimina prácticamente su empleo para la realización de ensamblajes entre elastómeros organosilícicos de tipo semejantes ó diferentes y para la fijación sobre la superficie de éstos elastómeros de elementos metálicos, por ejemplo
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

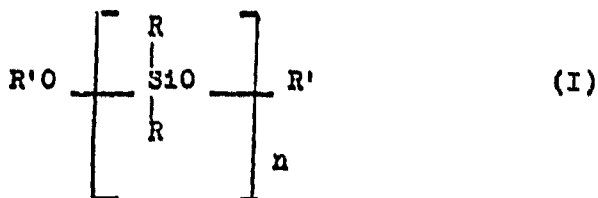
366104

electrodos ó empunaduras. Por esta razón actualmente la técnica utilizada prácticamente para fijar electrodos sobre elastómeros conductores en vista de la realización de elementos de calefacción consiste en injertar ó en coser éstos electrodos (patente francesa 1 436 366) lo que no constituye el medio mas ventajoso. Igualmente se ha propuesto pegar los electrodos por medio de una composición organosilícica vulcanizable a temperatura ambiente, pero este pegado es a menudo insuficiente y es deseable fijar antes el electrodo sobre el soporte por otros medios, por ejemplo los descritos en la patente inglesa 1 040 871 (pág. 2, líneas 32 a 39).

La presente invención se propone proporcionar composiciones organopolisiloxánicas vulcanizables en caliente en elastómeros que posean la propiedad de soldarse a sí mismas casi instantáneamente. Se propone igualmente proporcionar composiciones vulcanizables en elastómeros que posean una adherencia frente a elastómeros silicados superior a la de los elastómeros fusibles auto-adherentes habitualmente utilizados. Otras ventajas y características de estas composiciones resultarán de la descripción que sigue.

Las composiciones organopolisiloxánicas según la invención comprenden (siendo las partes en peso):

a).- 100 partes de una goma diorganopolisiloxánica de fórmula:



30.



en la que los símbolos R, idénticos ó diferentes, representan radicales hidrocarbonados, monovalentes, eventualmente sustituidos; los símbolos R', idénticos ó diferentes, representan hidrógeno ó un grupo Si(R)₃; n representa un número entero de 1000 a 20.000; además 60 % al menos de la totalidad de los símbolos R, son radicales metilo y 0,03 % a 2 % son radicales vinilo;

5. b).- 4 a 12 partes de una goma organopolisiloxánica rebotadora formada por puesta en contacto en caliente de un derivado oxigenado del boro con un organopolisiloxánico flúido de viscosidad 3 a 1000 centipoises a 25°C, que tenga de 1,9 a 2 grupos orgánicos por átomos de silicio, siendo las proporciones en presencia de un átomo-gramo de boro contenido en el derivado oxigenado del boro por 500 a 1500 g. del organopolisiloxano líquido;

10. c).- 0,5 a 10 partes de agentes porógenos;
d).- 20 a 90 partes de cargas;
e).- 1 a 6 partes de peróxidos orgánicos;
f).- eventualmente, hasta 5 partes de agentes plastificantes.

20. La goma diorganopolisiloxánica a) utilizable según la invención puede estar terminada en cada extremidad de su cadena por un grupo hidroxilo, triorganosiloxilo ó tener un grupo triorganosiloxilo en una extremidad y un grupo hidroxilo en la otra. De preferencia, se utiliza una goma en la cual el valor de n y la naturaleza de los radicales R sean tales que la viscosidad esté situada entre 2×10^6 y 10^8 cPo a 25°C. A título indicativo, los radicales R pueden ser radicales alquilo que tengan de 1 a 3 átomos de carbono tales como metilo, etilo, pro-

30.



- pilo; radicales alquilo sustituido por átomos de halógeno ó un grupo ciano tal como trifluor-3,3,3 propilo, beta-cianoetilo, gamma-cianopropilo; el radical vinilo; el radical difluor-2,2 ciclopropilo y el radical fenilo sustituido ó no por átomos de halógeno. La preparación de estas gomas diorganopolisiloxánicas esta descrita en diferentes patentes, por ejemplo las patentes francesas 1 329 088, 1 382 285 y 1 451 269.
5. La goma diorganopolisiloxánica rebotadora b)
10. puede prepararse por calentamiento de un derivado oxigenado del boro tal como el anhídrido bórico, los ácidos bóricos y sus ésteres con un organopolisiloxano líquido hasta obtención de una masa plástica y rebotadora, pero sin embargo deleznable. El organopolisiloxano líquido puede
15. prepararse por hidrolisis y condensación de un diorganodichlorosilano que contenga una pequeña proporción de un organotrichlorosilano y eventualmente de un triorganoclorosilano ó de un tetracloruro de silicio ó de un éster silícico, de manera de tener 1,9 a 2 grupos orgánicos por átomo de silicio. Estos grupos pueden elegirse entre los radicales alquilo tales como metilo, etilo, propilo; los radicales alquilo halogenados tales como trifluor-3,3,3 propilo; trifluor-4,4,4 butilo; los radicales cianoalquilo como beta-cianoetilo y gamma-cianopropilo; el radical vinilo; el radical fenilo halogenado ó no. La viscosidad de los organopolisiloxanos líquidos de partida varía generalmente entre 3 a 1000 centipoises a 25°C; en cuanto a la cantidad de derivado oxigenado del boro, que puede ser definida por su peso en boro, es generalmente de un átomo
20. -gramo de boro por 500 a 1500 g de organopolisiloxano lí-
- 25.
- 30.



- quido. La temperatura a la cual se efectúa la reacción del derivado del boro con el organopolisiloxano líquido se sitúa generalmente entre 150 y 250°C y la duración del calentamiento es del orden de 3 a 20 horas. La cantidad de goma rebotadora empleada puede variar entre 4 y 12 partes en peso por 100 partes de goma diorganopolisiloxánica de fórmula (1). Esta goma rebotadora es el factor que asegura la auto-adherencia de los elastómeros obtenidos a partir de las composiciones según la invención.
- 5.
10. La estructura celular de los elastómeros que resultan de las composiciones de la invención está provocada por el desprendimiento de un gas inerte, principalmente de nitrógeno, en el seno de las composiciones durante el período de reticulación. Para este hecho, se incorpora a las composiciones uno o varios agentes porógenos,
15. por ejemplo, la N,N'dinitroso-N,N'dimetiltereftalamida, la dinitrosopentametilentetramina el azobis-isobutironitrilo; 0,5 a 10 partes en peso de agente por 100 partes de goma de fórmula (1) son convenientes.
20. Las cargas pueden elegirse entre las sílices de combustión con gran superficie específica, las sílices de precipitación igualmente con gran superficie específica y los negros de carbono reforzantes más variados tales como los conductores de la electricidad. Es particularmente
25. apropiado, para mejorar el poder reforzante de las sílices, tratarlas por un organopolisiloxano tal como el octa metilciclotetrasiloxano. El diámetro medio de las partículas que constituyen las cargas es del orden de algunas milimicras ó de algunas decenas de milimicras. La cantidad de carga utilizada depende de la naturaleza de estas
- 30.

24 ABR.



cargas y de la dureza buscada para los elastómeros; en general, se utilizan 20 a 90 partes de cargas por 100 partes de goma diorganopolisiloxánica de fórmula (I).

- La reticulación de las composiciones se efectúa
5. bajo la acción de un peróxido orgánico ó de una mezcla de peróxidos orgánicos. Como ejemplos de tales productos se pueden citar el peróxido de cumilo, el peróxido de benzoilo, el perbenzoato de terciobutilo, el peroxido de dicloro-2,4 benzoilo, el peroxido de diterciobutilo y el
10. percarbonato de O,O.terciobutilo y de O.isopropilo. Cantidades que van de 1 a 6 partes por 100 partes de goma diorganopolisiloxánica de fórmula (I) permiten una reticulación eficaz.

- Para evitar el endurecimiento de las composiciones durante el almacenamiento, es deseable añadirles uno
15. ó varios compuestos organosilícicos que juegan el papel de plastificante; como ejemplos de tales compuestos, se pueden citar el (tetrametiletildioxi)dimetilsilano, el difenilsilanodiol, los aceites hidroxilados ó alcoxilados;
20. otros compuestos utilizables están citados en las patentes francesas 1 111 969 y 1 161 094 y americana 2 890 188. La cantidad de plastificante no sobrepasa generalmente por 5 partes por 100 partes de la goma de fórmula (I).

- Para preparar las composiciones de la invención,
25. los diferentes componentes que acaban de enumerarse son íntimamente mezclados por medio de dispositivos habituales de la industria del caucho. En particular, se pueden dispersar, en primer lugar, de una forma homogénea las cargas, los agentes plastificantes y porógenos y de los ad
30. yuvantes tales como pigmentos, antioxidantes y estabilizan



tes en la goma diorganopolisiloxánica de fórmula (I).

A continuación se añade, utilizando por ejemplo un mezclador con dos cilindros, la goma rebotadora, de preferencia calentando la mezcla hacia 80-100°C; cuando la goma rebotadora está totalmente incorporada se puede abandonar la

5. mezcla a la temperatura ambiente y no añadir el peróxido orgánico más que en el momento de su utilización ó bien añadir inmediatamente el peróxido orgánico. Cualquiera que sea el proceso adoptado, las composiciones catalizadas pueden transformarse por extrusión y calandrado en hojas, cintas, bandas y perfiles. Los diferentes artículos endureciendo finalmente en elastómeros por simple calentamiento al aire libre a temperaturas que pueden escalonarse de 150° a 280°C. La duración del calentamiento
10. varía con la temperatura, generalmente es de varios minutos hacia 150°C y de algunas decenas de segundos hacia
15. 280°C.

Durante este calentamiento simultáneamente las composiciones endurecidas y el agente porógeno se descompone liberando un gas inerte en el interior del elastómero. Resultan elastómeros organosilícicos auto-adherentes y microcelulares.

20. Las aplicaciones de estos elastómeros fusibles y celulares son múltiples e interesantes. En electricidad, pueden servir para aislar conductores por simple enrollamiento alrededor de estos últimos en forma de cintas adhesivas. Fuera del dominio de la electricidad, pueden ser utilizados para rellenar las fugas de las tubuladuras y conductos que transportan agua tales como las canalizaciones de aparatos sanitarios, radiadores y calderas.
- 25.
- 30.



En éstos dos tipos de aplicación, se obtienen con los productos de la invención, tan pronto terminado el enrollamiento, una vaina continua, que elimina todo riesgo de desenrollamiento como consecuencia de choques ó trepidaciones.

5.

Además, pueden servir para fijar elementos de una naturaleza cualquiera metálica por ejemplo, sobre los elastómeros siliconados, como empuñaduras, bandas, motivos ornamentales. Una aplicación notable es la fijación de electrodos conductores sobre elastómeros organosilícicos que contengan como carga un negro conductor de electricidad, con el fin de realizar elementos calentadores por ejemplo tales como se describen en las patentes francesas 1 344 405 ó 1 436 366.

10.

15.

Para fijar los electrodos se les coloca a lo largo de dos bordes opuestos de una placa, de una banda ó de una cinta en elastómero conductor y se coloca sobre toda su longitud una cinta celular auto-adherente procedente del endurecimiento de las composiciones de la invención, de anchura superior a la de los electrodos que se pega sobre el elastómero conductor por simple presión manual. Esta técnica reemplaza ventajosamente los encolados, pegados y cosidos utilizados actualmente que, en particular exigen mucho tiempo y no dan siempre resultados satisfactorios.

20.

25.

Los elastómeros celulares y fusibles pueden aún emplearse como placas y cintas de pegar para ensamblar entre sí elastómeros organosilícicos de la misma naturaleza ó de naturaleza diferente; ésta aplicación rinde grandes servicios cuando los elastómeros organosilícicos juegan

30.



24 ABR 1969

el papel de revestimientos protectores de piezas y dispositivos frágiles tales como electrónicos que necesitan ser reforzados como consecuencia de cuarteados ó de un aumento de los coeficientes de seguridad.

5. Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitarla, y muestran como puede llevarse a la práctica.

EJEMPLO 1

10. Se prepara una composición homogénea A1, mezclando por medio de un mezclador de dos cilindros, los ingredientes siguientes:

- goma dimetilpolisiloxánica con grupos hidroxilos terminales que contengan 0,20% en peso de motivos metilvinilsiloxi, de viscosidad 18×10^6 cPo a 25°C..... 100 g.
- 15. - sílice de combustión con gran superficie específica tratada por octametilcyclotrasiloxano..... 36 g.
- goma metilpolisiloxánica "rebotadora" preparada como se describe más adelante..... 6,8 g.
- aceite \times , ω -dihidroximetilpolisiloxánico (13 % en peso de grupos hidroxilos, viscosidad 40 centipoises a 25°C)..... 1,35 g.
- 20. - pasta formada de N,N'dinitroso-N,N'dimetiltereftalamida y de un aceite \times , ω -bis(trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánica de viscosidad 100.000 centipoises a 25°C, en la relación 50/50..... 11 g
- perbenzoato de terciobutilo..... 1,17 g
- 25. - pasta formada de peroxido de benzilo y de un aceite \times , ω -bis(trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánica de viscosidad 1000 centipoises a 25°C, en la relación 50/50. 1,17g.

30. La composición se extruye en una cinta RA1 que se vulcaniza a continuación por paso durante 75 segundos en un horno llevado a una temperatura media de 180-220°C. La cinta así obtenida se presenta en forma de una materia

24 ABR 1954

microcelular de 28 mm de ancha y 0,5 mm de espesor. Cuando se la enrolla como semi-recubrimiento alrededor de una barra conductora de cobre, se comprueba que instantáneamente las capas se sueldan para formar un revestimiento uniforme, aislante y celular.

5.

Si se efectúa el mismo enrollamiento utilizando una cinta RB1 procedente de una composición B1 semejante en todo punto a la precedente, salvo que no contiene los 11 g de pasta que contiene la N,N'dinitrosocN,N'dimetiltereftalamida, se observa que es preciso esperar al menos 2 horas antes de obtener un revestimiento uniforme que forme un todo homogéneo sin traza de enrollamiento.

10.

Por otra parte, se preparan tres elastómeros de tipo conocido por endurecimiento al aire ambiente de las composiciones siguientes:

15.

COMPOSICION K.-

(Composición organopolisiloxánica vulcanizable a temperatura ambiente tras adición de un catalizador)

20.

- aceite X, w -dihidroxidimetilpolisiloxánico de viscosidad 5000 centipoises a 25°C que contiene 0,2 % en peso de grupos hidroxilos..... 100 g
- óxido de hierro..... 65 g
- sílice de diatomeas..... 25 g
- polisilicato de etilo de título 40 % en peso de SiO₂..... 3 g

25.

- producto de reacción del dilaurato de dibutilestano con el 1 ortotitanato de butilo, mezclados en la relación ponderal 100/27, por calentamiento durante 3 horas a 120°C..... 1 g

Tras abandono durante 24 horas a temperatura ambiente (20°C) esta composición se endurece en un elastómero.

30.



COMPOSICION I.-

(Composición organopolisiloxánica vulcanizable en elastómero a temperatura ambiente tras adición de un catalizador)

- 5. - aceite K, W -dihidroximetilpolisiloxánico de viscosidad 5000 centipoises a 25°C que contiene 0,2 % en peso de grupos hidroxilos..... 100 g
- carbonato de calcio finamente dividido 40 g
- polisilicato de etilo de título 40 % en peso de SiO₂..... 3 g
- 10. - producto de reacción del dilaurato de dibutylestano con el ortotitanato de butilo, mezclados en la relación ponderal 100/27, por calentamiento durante 3 horas a 120°C..... 1 g

Tras abandono durante 24 horas a temperatura ambiente (20°C) ésta composición endurece en un elastómero.

15. COMPOSICION M.-

(Composición organopolisiloxánica estable al almacenamiento al abrigo de la humedad y vulcanizable en elastómero a temperatura ambiente bajo la acción del agua en estado líquido vapor)

- 20. - aceite X, W -dihidroximetilpolisiloxánico de viscosidad 20.000 centipoises a 20°C que contiene 0,1 % en peso de grupos hidroxilos..... 100 g
- sílice de combustión con gran superficie específica..... 5 g
- sílice de diatoméas..... 25 g
- 25. - metiltriaacetoxisilano..... 4 g

Esta composición se transforma en un elastómero por abandono durante 48 horas al aire ambiente (temperatura 20°C).

- 30. Sobre la superficie de cada uno de éstos elastómeros se colocan las cintas RA1 y RB1 (por comparación y se las hace adherir aplicándoles durante 30 segundos una



presión de 5 bares. Por medio de un dinamómetro se mide después la fuerza necesaria, expresada en Kg/cm, para despegar las cintas. Los resultados están reflejados en la tabla siguiente:

5.

	Fuerza de despegado Kg/cm.		
	Sobre elastómero K	Sobre elastómero L	Sobre elastómero M
Cinta RA1	0,250	0,145	0,290
Cinta RB1	0,120	0,090	0,090

10.

Como se vé la cinta A tiene un poder adherente sobre elastómeros organopolisiloxánico netamente superior a la de la cinta B.

15.

La goma "rebotadora" se ha preparado a partir de los productos siguientes:

20.

- dimetilpolisiloxano procedente de la hidrólisis en medio eterado de una mezcla de dimetildiclorosilano y de metiltriclorosilano, respectivamente en la relación molar 99/1..... 156,5 g
- ácido bórico..... 11,6 g
- cloruro férrico anhidro..... 0,33 g

25.

Estos reactivos se llevan progresivamente a un temperatura próxima a 200°C, después se mantienen a ésta temperatura una decena de horas para eliminar aproximadamente 10 % en peso de productos volátiles.

EJEMPLO 2

30.

Se preparan 3 composiciones A2, A3, A4, semejantes a la del Ejemplo 1, salvo que contienen respectivamente 2-5, y 8 g (en lugar de 11 g) de la pasta formada



de N,N'-dinitroso N,N'-dimetiltereftalamida y de un aceite α, ω -bis(trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánico de viscosidad 100.000 centpoises a 25°C, en la relación 50/50.

5. Siguiendo el procedimiento indicado en el Ejemplo 1, se fabrican, a partir de estas tres composiciones, cintas microcelulares auto-adherentes RA2, RA3, RA4, que se aplica sobre el elastómero M utilizado en el ejemplo 1. y se mide por medio de un dinamometro la fuerza necesaria, expresada en Kg/cm, para despegar las cintas. Se encuentra para la cinta RA2: 0,130 Kg/cm, para la cinta RA3: 0,160 Kg/cm, y para la cinta RA4: 0,200 Kg/cm.

Estos valores son igualmente superiores al establecido en el Ejemplo 1 con la cinta RB1.

EJEMPLO 3

15. Se prepara una composición A5 mezclando, por medio de un mezclador de dos cilindros los ingredientes siguientes:

- 20. - goma dimetilpolisiloxánica con radicales trimetilsiloxi terminales que contiene 0,23 % en peso de motivos metilvinilsiloxi, de viscosidad 25×10^6 cPo a 25°C..... 100 g
- negro de acetileno de superficie específica 80 m²/g cuyo diámetro medio de partículas es de 27 μ 50 g
- goma metilpolisiloxánica "rebotadora" utilizada en el Ejemplo 1..... 7,5 g
- 25. - pasta formada de N,N'-dinitroso N,N'-dimetiltereftalamida y de un aceite α, ω -bis(trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánico de viscosidad 100.000 centpoises a 25°C, en la relación 50/50..... 12 g
- peroxido de cumilo..... 4,25 g

A partir de esta composición se prepara, siguiendo la técnica descrita en el Ejemplo 1, una cinta RA5

30.



microcelular auto-adherente conductora de 0,5 mm de espesor y 28 mm de ancha. Esta cinta enrollada como semi-recubrimiento alrededor de una barra de naturaleza cualquiera se suelda sobre sí misma instantáneamente para formar una masa uniforme en la cual no se aprecian los enrollamientos iniciales.

5. Si se eliminan los 12 g de pasta que contiene la N,N'-dinitroso-N,N'-dimetilteraftamida, la cinta RB5 que deriva de esta nueva composición no se suelda sobre sí misma más que al cabo de 2 horas aproximadamente.

10. Se aplica cada una de las cintas RA5 y RB5 sobre la superficie de los elastómeros K, L y M así como sobre un elastómero N obtenido tras vulcanización en caliente (10 mm a 150°C bajo 50 bares y después 16 horas en estufa ventilada a 250°C) de una composición que contiene:

- goma dimetilpolisiloxánica con radicales hidroxilos terminales (0,20 % en peso de motivos metilvinilsiloxi; viscosidad a 25°C : 18×10^6 cPo..... 100 g
- 20. - sílice de combustión con gran superficie específica tratada por octametilclotetrasiloxano..... 50 g
- aceite κ, ω -dihidroxdimetilpolisiloxánico (13 % en peso de grupos hidroxilos, viscosidad 40 centipoises a 25°C). 1,35 g
- 25. - pasta formada de peroxido de dicloro-2,4 benzoilo y de un aceite κ, ω -bis (trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánico (viscosidad 1000 centipoises a 25°C) en la relación 50/50..... 1,9 g

Las medidas de las fuerzas de despegado están consignadas en la tabla siguiente:



	Fuerza de despegado, Kg/cm.			
	Elastómero K	Elastómero L	Elastómero M	Elastómero N
5. Cinta RA5	0,220	0,150	0,215	0,450
Cinta RB5	0,150	0,080	0,165	0,315

10. Se comprueba que la adherencia mostrada por la cinta RA5 es en todos los casos superior a la mostrada por la cinta RB5.

EJEMPLO 4

15. A.- Del tejido de vidrio desengrasado del tipo "satén", que pesa 87 g/m² se presentan en forma de una cinta de 25 cm. de ancho y 0,08 mm. de espesor, está impregnada por remojado en un baño que comprende:

- goma dimetilpolisiloxánica que contiene 0,23 % en peso de motivos metilvinilsiloxi utilizada en el Ejemplo 3..... 100 g.
- sílice de combustión con gran superficie específica tratada por octametilclotetrasiloxano..... 28 g.
- 20. - aceite α, ω -dihidroxidimetilpolisiloxánico (13 % en peso de grupos hidroxilos, viscosidad 40 centipoises a 25°C) 5,5 g
- tri(metoxi-2 etoxi)vinilsilano..... 6,7 g
- pasta formada de peróxido de dicloro-2,4 benzoilo de un aceite α, ω -bis (trimetilsiloxi)dimetilpolisiloxánico de viscosidad 1000 centipoises a 25°C, en la relación 50/50..... 2,8 g
- 25. - tolueno..... 756 g

30. La cinta, tras pasado por el baño, atraviesa un horno vertical en el interior del cual sufre dos calentamientos sucesivos, el uno a 95°C durante 5 mn. el otro a



155°C igualmente durante 5 mn. La capa de elastómero sílica que impregna el tejido de vidrio pesa 18 g/m² aproximadamente.

5. B.- Se deposita por calandrado sobre una de las dos caras de la cinta precedentemente impregnada, una capa de una composición organopolisiloxánica endurecible en elastómero, preparada por mezcla sobre mezclador de dos cilindros de los ingredientes siguientes:

- 10. - goma dimetilpolisiloxánica que contiene 0,23 % en peso de motivos metilvinilsiloxi, utilizada en el ejemplo 3..... 100 g
- negro de acetileno de superficie específica 80 m²/g cuyo diámetro medio de partículas es de 27 mμ..... 70 g.
- peróxido de cumilo..... 4,25 g

15. Por paso durante 35 segundos aproximadamente de la cinta así enlucida en un horno llevado a una temperatura de 260-280°C, la composición se endurece en un elastómero conductor depositado uniformemente, adherente bien al tejido de vidrio y que pesa 171 g/m². El espesor total de la cinta es finalmente de 0,25 mm y su peso de 276 g/m².

20. C.- En la cinta recubierta del elastómero conductor se corta una porción rectangular sobre la cual se coloca, a lo largo de dos bordes opuestos, sobre la superficie enlucida de elastómero conductor, dos electrodos de cobre que tienen una anchura de 5 mm y un espesor de 0,1 mm. Estos dos electrodos espaciados 145 mm determinan un elemento de calefacción rectangular de dimensiones 170 x 145 mm. Para fijarlos, se coloca sobre ellos, sobre toda su longitud, la cinta RA5 auto-adherente microcelular, y



5. conductora, de 28 mm de ancho, descrita en el ejemplo 3 y se pega a continuación sobre el elemento de calefacción, por simple presión manual, la parte de cinta que desborda de una y otra parte de los electrodos. Estos últimos son así sólidamente aprisionados entre el tejido de calefacción y la cinta microcelular.

10. El elemento de calefacción colocado bajo una tensión de 50 voltios deja pasar una corriente de 0,13 amperios y su temperatura se mantiene constantemente hacia 35°C cuando la temperatura ambiente es de 20°C aproximadamente.

15. Se efectúa un pegado idéntico de los electrodos con la cinta auto-adherente conductora RB5 igualmente descrita en el ejemplo 3. Cuando se trata de despegar la cinta RA5 se desgarran en su masa y no se separa más que por pequeños fragmentos por raspado enérgico. Por el contrario, la cinta RB5 puede despegarse en su totalidad sin dificultad.

EJEMPLO 5.

20. Sobre una placa rectangular de cemento, pretratada por medio de una sub-capa de adherencia usual, se aplica por medio de un pincel una dispersión de una composición organosilícica vulcanizable a la temperatura ambiente que comprende:

- | | | | |
|-----|---|-----|---|
| 25. | - aceite α , ω -dihidroxidimetilpolisiloxánico de viscosidad 500 centipoises a 25°C, de título 0,35 % en peso de grupos hidroxilos..... | 100 | g |
| | - negro de acetileno, de superficie específica 190 m ² /g cuyo diámetro medio de partículas es de 18 μ | 30 | g |
| 30. | - polisilicato de etilo de título 40 % en peso de SiO ₂ | 5,8 | g |

24



- producto de reacción del dilaurato de dibutilestano con ortotitanato de butilo, mezclados en la relación ponderal 100/27, por calentamiento durante 3 horas a 120°C..... 1,5 g
- 5. - mezcla de hidrocarburos de puntos de ebullición que van de 93 a 114°C, de densidad a 15°C : 0,722..... 38,5 g
- mezcla de hidrocarburos de puntos de ebullición que van de 148 a 189°C, de densidad a 20°C : 0,775..... 38,5 g

Tras secada durante 1 hora al aire ambiente para eliminar el disolvente y abandono durante 24 horas a 20°C para permitir a la composición endurecerse en un elastómero, la placa se encuentra recubierta de una capa de elastómero organosilícico de espesor medio 0,25 mm.

15. Sobre la placa así endurecida se colocan dos electrodos de cobre de anchura 5 mm. y de espesor 0,1 mm y se les pega según ^{la} técnica expuesta en el ejemplo 4, por medio de una cinta conductora auto-adhesiva microcelular RA5.

20. Los dos electrodos, espaciados 500 mm, determinan un elemento de calefacción rectangular de dimensiones 500 x 250 mm. Este elemento de calefacción, colocado bajo una presión de 110 voltios, deja pasar una corriente de 0,82 A.

25. Al cabo de 3 horas de puesta bajo tensión de 110 voltios, la temperatura medida sobre la superficie en elastómero conductor de este elemento de calefacción, se mantienen constante hacia 46°C, siendo la temperatura ambiente de 25°C.

30. Si se repite la experiencia en las mismas condiciones pero reemplazando la placa de cemento por una placa de madera aglomerada, se comprueba que, bajo una ten-

24 ABR 1968

si3n de 110 voltios, el elemento de calefacci3n deja pasar una corriente de 0,5 A y, al cabo de 3 horas, la temperatura medida sobre la superficie en elast3mero conductor se estabiliza a 46°C (temperatura ambiente 25°C).

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, as3 como la manera de realizarlo en la pr3ctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle

10.

en cuanto no alteren su principio fundamental; tambi3n se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 24 de abril de 1968, n3 PV. 149.349, acogi3ndose por lo tanto,

15.

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 Inven

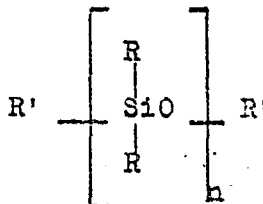
20.

ci3n por 20 a3os en Espa3a, sobre: "Procedimiento para la obtenci3n de composiciones organopolisilox3nicas vulcanizables en caliente"; caracteriz3ndose por lo siguiente:

25.

1.- Procedimiento para la obtenci3n de composiciones organopolisilox3nicas vulcanizables en caliente en elast3meros microcelulares auto-adherentes a los elast3meros organosil3cicos, caracterizado porque comprende mezclar, siendo las partes en peso: 100 partes de una goma diorganopolisilox3nica de f3rmula general:

30.



24 ABR. 1969

- en la que los símbolos R, idénticos ó diferentes, representan radicales hidrocarbonados, monovalentes, eventualmente sustituidos; los símbolos R', idénticos ó diferentes, representan hidrógeno ó un grupo Si(R)₃; n representa un número entero de 1000 a 20.000; además 60 % al menos de la totalidad de los símbolos R son radicales metilo y 0,03% a 2 % son radicales vinilo; 4 a 12 partes de una goma organopolisiloxánica rebotadora formada por puesta en contacto con un organopolisiloxano flúido de viscosidad 3 a 1000 centipoises a 25°C, que tenga de 1,9 a 2 grupos orgánicos por átomo de silicio, siendo las proporciones en presencia de un átomo-gramo de boro contenido en el derivado oxigenado del boro por 500 a 1500 g. del organopolisiloxano líquido; 0,5 a 10 partes de agentes porogenos; 20 a 90 partes de cargas; 1 a 6 partes de peróxidos orgánicos, y eventualmente, hasta 5 partes de agentes plastificantes.
- 5.
- 10.
- 15.

- 2.- Procedimiento para la obtención de composiciones organopolisiloxánicas vulcanizables en caliente; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.
- 20.

Esta memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid,

24 ABR. 1969

RHONE-POULENC S.A.

A GOMEZ ACEBO Y MODEY
Firmado: F. Hernández Ruiz