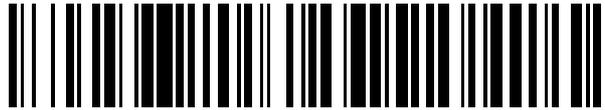


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 564 420**

51 Int. Cl.:

**C08L 83/04**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.06.2008 E 08781178 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.02.2016 EP 2170994**

54 Título: **Composiciones de silicona, artículos y métodos de fabricación de tales composiciones de silicona**

30 Prioridad:

**29.06.2007 US 947251 P**

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

**22.03.2016**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN PERFORMANCE PLASTICS  
CORPORATION (100.0%)  
1199 CHILLICOTHE ROAD  
AURORA, OH 44202, US**

72 Inventor/es:

**OU, DUAN LI**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 564 420 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composiciones de silicona, artículos y métodos de fabricación de tales composiciones de silicona

**Campo de la Técnica**

5 Esta descripción, en general, se refiere a una composición de silicona, a los artículos hechos a partir de la composición de silicona, y a los métodos para fabricar la composición de silicona.

**Antecedentes de la técnica**

10 Las composiciones curables de silicona se usan en una variedad de aplicaciones que van desde la industria del automóvil a los dispositivos médicos. Las formulaciones comerciales típicas de composiciones de caucho de siliconas líquidas (LSR, del inglés liquid silicone rubber) incluyen una mezcla de varios componentes de un polidiorganosiloxano que contiene vinilo, un polidiorganosiloxano que contiene hidrógeno, catalizador y material de carga. A menudo, la formulación comercial es una formulación de dos partes que se mezclan entre sí antes de su uso. Una vez que se mezcla la formulación comercial, la composición de silicona posteriormente se moldea o extrude, y se vulcaniza.

15 En muchos casos, se necesitan composiciones de silicona con baja dureza para diversas aplicaciones. En algunos casos, la formulación de silicona se modifica para proporcionar una formulación de silicona con una baja dureza. Normalmente, para reducir la dureza se usa un bajo porcentaje de material de carga de sílice, lo que conduce a una gran reducción en la viscosidad de la formulación. La formulación de silicona de baja viscosidad resultante es difícil de procesar en el equipo de fabricación convencional de silicona. Además, los fabricantes de productos que usan tales formulaciones de silicona están limitados en su capacidad de personalizar tales formulaciones para adaptarse mejor a un producto o proceso en particular. Como resultado, los fabricantes a menudo deben elegir entre la dureza deseada y la viscosidad deseada, sin opción a tener ambas.

20

Como resultado, sería deseable una composición de silicona mejorada y un método de fabricación de composiciones de silicona.

25 El Documento de Patente de Número WO 2007/045692 A1 se refiere a composiciones de caucho de siliconas que contienen un material de carga en forma de polvo para aumentar la resistencia al desgarro, en donde el material de carga en forma de polvo es un polidiorganosiloxano.

El Documento de Patente de los EE.UU. de Número US 5.665.809 A se refiere a un método de fabricación de formas de gel de silicona blanda, y a los artículos derivados de las mismas. Los materiales de gel de silicona son mezclas de siliconas insaturadas con siliconas ricas en hidruros curables en presencia de un catalizador.

30 El Documento de Patente Europea de Número EP 0 409 229 A2 se refiere a composiciones curables de caucho de siliconas que contienen un organopolisiloxano A que contiene al menos dos grupos alqueno unidos al Si en una molécula, un organopolisiloxano B que contiene exactamente un grupo alqueno unido al Si en una molécula, y un organopolisiloxano C que contiene al menos dos átomos de hidrógeno unidos al Si en una molécula.

**Compendio de la invención**

35 El objeto de la presente invención es una composición de silicona como se define en la reivindicación 1. Las reivindicaciones secundarias se refieren a las realizaciones particulares de la misma.

Un objeto adicional de la presente invención es un método de fabricar una composición de silicona como se define en la reivindicación 9. Las reivindicaciones secundarias se refieren a las realizaciones particulares de la misma.

40 Un objeto adicional de la presente invención es el uso como se define en la reivindicación 15 de la composición de silicona según la presente invención.

Según la presente invención, una composición de silicona incluye un polialquilsiloxano y un promotor de reblandecimiento in situ. El polialquilsiloxano comprende opcionalmente grupos funcionales vinilo, hidruro, y fenilo. El promotor de reblandecimiento in situ incluye un silsesquioxano que contiene grupo vinilo. El silsesquioxano que contiene vinilo incluye unidades  $R'SiO_{3/2}$ , en donde R' es un grupo vinilo, un grupo alquilo, un grupo fenilo, o cualquier combinación de los mismos. El promotor de reblandecimiento in situ opcionalmente incluye además unidades  $R_2SiO_{2/2}$ , unidades  $R_3SiO_{1/2}$  y unidades  $SiO_{4/2}$ , en donde R es un radical alquilo, radical fenilo, o cualquier combinación de los mismos. La adición del promotor de reblandecimiento in situ disminuye la dureza Shore A de la composición curada de silicona en al menos un 35 %. La composición curada de silicona tiene una dureza Shore A de menos de 40 cuando se mide siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240, y la composición de silicona tiene una viscosidad mayor que 500 Pa·s cuando se mide en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C.

45

50

Según la presente invención, un método de fabricación de una composición de silicona comprende mezclar una formulación de silicona en un dispositivo de mezcla, y añadir un promotor de reblandecimiento in situ al dispositivo

de mezcla. El promotor de reblandecimiento in situ incluye un silsesquioxano que contiene grupo vinilo. El silsesquioxano que contiene vinilo incluye unidades  $R'SiO_{3/2}$ , en donde R' es un grupo vinilo, un grupo alquilo, un grupo fenilo, o cualquier combinación de los mismos. El promotor de reblandecimiento in situ opcionalmente incluye además unidades  $R_2SiO_{2/2}$ , unidades  $R_3SiO_{1/2}$  y unidades  $SiO_{4/2}$ , en donde R es un radical alquilo, radical fenilo, o cualquier combinación de los mismos. La adición del promotor de reblandecimiento in situ disminuye la dureza Shore A de la formulación curada de silicona en al menos un 35 %. La composición curada de silicona tiene una dureza Shore A de menos de 40 cuando se mide siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240, y la composición de silicona tiene una viscosidad mayor que 500 Pa·s cuando se mide en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C.

Además se describe en la presente invención un artículo que incluye una formulación de silicona y un promotor de reblandecimiento in situ. La formulación curada de silicona tiene una dureza Shore A, y el promotor de reblandecimiento in situ disminuye la dureza Shore A de la formulación curada de silicona en al menos un 35 %.

### Descripción de la(s) realización(es)

Una composición de silicona incluye una formulación de silicona y un promotor de reblandecimiento in situ que incluye un silsesquioxano que contiene grupo vinilo. La incorporación del promotor de reblandecimiento in situ en la formulación de silicona proporciona una composición de silicona que tiene una dureza deseable (Shore A). En particular, se puede lograr una dureza deseable sin una pérdida de viscosidad. La composición de silicona se prepara típicamente mezclando homogéneamente el promotor de reblandecimiento in situ con la formulación de silicona usando cualquier método de mezcla adecuado. "In situ" tal como se usa en la presente invención se refiere a mezclar el promotor de reblandecimiento y la formulación de silicona antes de la vulcanización del caucho de silicona.

La formulación de silicona incluye un polialquilsiloxano, tal como polímeros de silicona formados de un precursor, tales como dimetilsiloxano, dietilsiloxano, dipropilsiloxano, metiletilsiloxano, metilpropilsiloxano, o combinaciones de los mismos. En una realización particular, el polialquilsiloxano incluye un polidialquilsiloxano, tal como polidimetilsiloxano (PDMS, del inglés polydimethylsiloxano). En una realización particular, el polialquilsiloxano es un polidimetilsiloxano que contiene hidruro de silicona. En una realización adicional, el polialquilsiloxano es un polidimetilsiloxano que contiene vinilo. En otra realización adicional, el polímero de silicona es una combinación de un polidimetilsiloxano que contiene hidruro y un polidimetilsiloxano que contiene vinilo. En un ejemplo, el polímero de silicona es no polar y está libre de grupos funcionales fenilo. Alternativamente, el polímero de silicona puede incluir grupos funcionales fenilo. Por ejemplo, el polímero de silicona puede incluir fenilsilicona.

Típicamente, el polímero de silicona en la formulación de silicona es elastómero. Por ejemplo, la dureza (Shore A) de la formulación curada de silicona antes de la adición del promotor de reblandecimiento es menor que 80, tal como 1 a 70, 20 a 50, 30 a 50, 40 a 50, o 1 a 10.

La composición de silicona incluye un promotor de reblandecimiento in situ que incluye un silsesquioxano que contiene vinilo. Por ejemplo, el silsesquioxano que contiene vinilo puede incluir unidades  $R'SiO_{3/2}$ , en donde R' es un grupo vinilo, un grupo alquilo, un grupo alcoxi, un grupo fenilo, o cualquier combinación de los mismos. Típicamente, el silsesquioxano tiene un contenido de vinilo de al menos 30,0 % en peso. En una realización, el grupo alquilo incluye un grupo hidrocarburo  $C_{1-6}$ , tal como un grupo metilo, etilo o propilo. El promotor de reblandecimiento in situ puede incluir unidades  $R_2SiO_{2/2}$ , unidades  $R_3SiO_{1/2}$  y unidades  $SiO_{4/2}$ , en donde R es un radical alquilo, radical fenilo, o cualquier combinación de los mismos. En una realización, el silsesquioxano que contiene vinilo puede incluir prepolímeros, monómeros, u oligómeros pre-hidrolizados de silsesquioxano.

Típicamente, la adición del promotor de reblandecimiento in situ a la formulación de silicona es detectable mediante resonancia magnética nuclear (RMN). El espectro de RMN  $^{29}Si$  de la formulación de silicona tiene típicamente dos grupos de picos distinguidos a aproximadamente -65 ppm a aproximadamente -67 ppm y aproximadamente -72 ppm a aproximadamente -75 ppm, que se corresponden con unidades  $ViSiO_{2/2}$  (OH) y unidades  $ViSiO_{3/2}$ , respectivamente.

Además, el silsesquioxano puede tener propiedades deseables de procesamiento, tales como la viscosidad. En particular, la viscosidad puede proporcionar mejora en el procesamiento *in situ*, tal como durante la mezcla o extrusión de la formulación de silicona. Por ejemplo, la viscosidad del silsesquioxano puede ser de 1,0  $mm^2/s$  (1,0 centistokes, cSt) a 8,0  $mm^2/s$  (8,0 cSt), tal como 2,0  $mm^2/s$  (2,0 cSt) a 4,0  $mm^2/s$  (4,0 cSt), o 3,0  $mm^2/s$  (3,0 cSt) a 7,0  $mm^2/s$  (7,0 cSt). En un ejemplo, la viscosidad del silsesquioxano puede ser de hasta 100,0  $mm^2/s$  (100,0 cSt), o incluso mayor que 100,0  $mm^2/s$  (100,0 cSt).

El promotor de reblandecimiento in situ está presente en una cantidad eficaz para disminuir la dureza Shore A original de la formulación curada de silicona. La adición del promotor de reblandecimiento disminuye la dureza Shore A de la formulación curada de silicona al menos un 35 %, tal como al menos 40 %, tal como al menos 50 %, al menos 75 %, o al menos 85 %. Después de la adición del promotor de reblandecimiento, la dureza Shore A de la composición curada de silicona es menor que 40, y puede ser menor que 35, tal como menor que 30, tal como 1 a 30, 5 a 15, o 1 a 5. En una realización, una "cantidad eficaz" es de aproximadamente 0,1 % en peso a

aproximadamente 5,0 % en peso, o aproximadamente 0,2 % en peso a 1,0 % en peso del peso total del polímero de silicona.

Además de una dureza Shore A deseable, las composiciones de silicona, que incluyen el promotor de reblandecimiento in situ tienen propiedades físicas deseables, tales como la viscosidad. La viscosidad se determina a una temperatura de aproximadamente 25 °C. Por ejemplo, la composición de silicona puede tener una viscosidad mayor que 500 Pa·s, tal como al menos 750 Pa·s, tal como al menos 1.000 Pa·s, al menos 1.100 Pa·s, o incluso al menos 10.000 Pa·s. En un ejemplo, la composición de silicona puede tener una viscosidad de 500 Pa·s a 2.000 Pa·s, tal como 1.000 Pa·s a 1.500 Pa·s. Las realizaciones particulares de la composición de silicona exhiben una combinación deseable de dureza y viscosidad, tal como que exhiben una dureza Shore A (curada) de menos de 30 y una viscosidad mayor que 500 Pa·s. La adición del promotor de reblandecimiento in situ proporciona una viscosidad deseable tal que la composición de silicona es físicamente sustancial para una cómoda manipulación y uso.

La composición de silicona puede incluir, además, un catalizador y otros aditivos opcionales. Aditivos ejemplares pueden incluir, individualmente o en combinación, materiales de carga, inhibidores, colorantes, y pigmentos. En una realización, la formulación de silicona es una formulación de silicona catalizada con platino. Alternativamente, la formulación de silicona puede ser una formulación de silicona catalizada con peróxido. En otro ejemplo, la formulación de silicona puede ser una combinación de una formulación de silicona catalizada con platino y catalizada con peróxido. La formulación de silicona puede ser una formulación vulcanizable a temperatura ambiente (RTV, del inglés room temperature vulcanizable) o un gel. En un ejemplo, la formulación de silicona puede ser un gel de silicona sin ningún material de carga. En un ejemplo, la formulación de silicona puede ser un caucho de silicona líquida (LSR, líquido silicone rubber) o un caucho de goma de alta consistencia (HCR, del inglés high consistency rubber). En una realización particular, la formulación de silicona es un LSR catalizado con platino. En una realización adicional, la formulación de silicona es un LSR formado a partir de un sistema reactivo de dos partes. El caucho de silicona líquida se puede procesar por cualquier método adecuado, tal como moldeo por compresión, sobremoldeo, moldeo por inyección de líquido, o moldeo por transferencia.

La formulación de silicona puede ser un polímero de silicona convencional, preparado comercialmente. El polímero de silicona preparado comercialmente incluye típicamente el polímero no polar de silicona, un catalizador, un material de carga, y aditivos opcionales. "Convencional" como se usa en la presente invención se refiere a un polímero de silicona preparado comercialmente que está libre de cualquier resto o aditivo que disminuya la dureza de la composición. Las realizaciones particulares de LSR convencional, preparado comercialmente incluyen Rhodia Silbione® LSR 4330 de Rhodia Silicones de Ventura, CA.

En una realización ejemplar, un polímero de silicona convencional, preparado comercialmente está disponible como un sistema reactivo de dos partes. La Parte 1 incluye típicamente un polidialquilsiloxano que contiene vinilo, un material de carga, y el catalizador. La Parte 2 incluye típicamente un polidialquilsiloxano que contiene hidruro y, opcionalmente, un polidialquilsiloxano que contiene vinilo y otros aditivos. Se puede incluir un inhibidor de reacción en la Parte 1 o en la Parte 2. Al mezclar la Parte 1 y la Parte 2 por cualquier método de mezcla adecuado se produce la formulación de silicona. En una realización, el promotor de reblandecimiento in situ que incluye el silsesquioxano que contiene vinilo, se añade al sistema de dos partes mezclado o durante el proceso de mezcla del sistema de dos partes. Como se dijo anteriormente, el promotor de reblandecimiento in situ se añade al polímero de silicona convencional, preparado comercialmente antes de la vulcanización. En una realización ejemplar, el sistema de dos partes y el promotor de reblandecimiento in situ se mezclan en un dispositivo de mezcla. En un ejemplo, el dispositivo de mezcla es un mezclador en una máquina de moldeo por inyección. En otro ejemplo, el dispositivo de mezcla es un mezclador, tal como un mezclador de masa, un mezclador Ross, un molino de dos rodillos, o un mezclador Brabender. En contraste con la adición del promotor de reblandecimiento in situ durante o después de la mezcla y antes de la vulcanización, las composiciones típicas de silicona de baja dureza que están disponibles comercialmente incorporan un aditivo durante una fase anterior de la preparación de la caucho de silicona. Típicamente, el aditivo se incorpora en el precursor mientras se prepara el polialquilsiloxano, y, a menudo, modifica la cadena del polialquilsiloxano.

Una vez que la composición de silicona incluye el promotor de reblandecimiento in situ, la composición de silicona se puede someter a un tratamiento de post-curado, tal como un tratamiento térmico o curado por radiación. El tratamiento térmico se produce típicamente a una temperatura de aproximadamente 125 °C a aproximadamente 200 °C. En una realización, el tratamiento térmico es a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 180 °C. Típicamente, el tratamiento térmico se produce durante un período de tiempo de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 10 horas, tal como aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 30 minutos, o alternativamente aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas.

En una realización, la reticulación o el curado por radiación se pueden realizar una vez que se forma la composición de silicona. La radiación puede ser eficaz para reticular la composición de silicona. La reticulación inter-capas de las moléculas del polímero dentro de la composición de silicona proporciona una composición curada e imparte resistencia estructural a la composición de silicona. En una realización particular, la radiación puede ser radiación electromagnética ultravioleta con una longitud de onda entre 170 nm y 400 nm, tal como aproximadamente 170 nm a

aproximadamente 220 nm. En un ejemplo, la reticulación se puede ver afectada usando al menos radiación de aproximadamente 120 J/cm<sup>2</sup>.

- En particular, las composiciones de silicona, que incluyen el promotor de reblandecimiento in situ y el proceso para la formulación de una composición de este tipo pueden producir ventajosamente elastómeros de silicona de baja dureza con las deseables propiedades físicas y mecánicas. Propiedades físicas ventajosas incluyen, por ejemplo, alargamiento a la rotura, resistencia a la tracción, o resistencia al desgarro mejoradas. El alargamiento a la rotura y la resistencia a la tracción se determinan usando un instrumento Instron según los métodos de prueba de la norma ASTM D-412. Por ejemplo, la composición de silicona puede exhibir un alargamiento a la rotura de al menos 600 %, tal como al menos 700 %, al menos 800 %, o incluso al menos 850 %. En una realización, la resistencia a la tracción de la composición de silicona es menor que 6,9 MPa (1.000 psi), y, en particular, es menor que 3,45 MPa (500 psi), tal como menor que 2,76 MPa (400 psi). En una realización, la resistencia a la tracción de la composición de silicona es de 0,69 a 3,45 MPa (100 psi a 500 psi), tal como 1,03 a 2,76 MPa (150 psi a 400 psi). Además, la composición de silicona puede tener una resistencia al desgarro mayor que 0,35 kN/m (2 ppi), tal como al menos 5,25 kN/m (30 ppi), tal como al menos 8,76 kN/m (50 ppi), o incluso al menos 14,01 kN/m (80 ppi).
- Son numerosas las aplicaciones para las composiciones de silicona. La composición de silicona se puede usar para cualquier aplicación o artículo donde se desee una baja dureza. Por ejemplo, la composición de silicona se puede usar para aplicaciones de microelectrónica, tales como encapsular componentes microelectrónicos; aplicaciones de absorción de vibraciones, tales como amortiguación de vibraciones; aplicaciones de inserción en calzado, tales como un sustituto de gel de silicona disponible en el mercado; aplicaciones de tacto suave, tales como para manija y asidero; y aplicaciones de protección, tales como para la absorción de impactos.

#### Ejemplo 1

- Este Ejemplo ilustra el proceso para sintetizar un promotor de reblandecimiento in-situ (ISP, del inglés in situ sifting promoter). Se mezcla una disolución que incluye 200 gramos (g) de éter dietílico, 9,63 g (0,065 moles) de viniltrimetoxisilano (Sigma Aldrich) y 3,8 g (0,035 moles) de trimetilclorosilano (Sigma Aldrich) con 100 g de agua durante una hora en condiciones ambientales. Después de la eliminación de la capa acuosa, se lava la capa orgánica con agua destilada cuatro veces para proporcionar un pH neutro. El agua residual en la capa orgánica se elimina mediante sulfato de magnesio anhidro. Después de evaporar el disolvente en un evaporador rotatorio se obtiene un líquido viscoso (7,2 g).

#### Ejemplo 2

- Este Ejemplo ilustra el proceso para preparar un LSR de baja dureza. Se preparan cinco formulaciones para un estudio de rendimiento. En concreto, se añaden tres silsesquioxanos que contienen vinilo a dos formulaciones comerciales de LSR. El primer silsesquioxano que contiene vinilo es el promotor de reblandecimiento in-situ discutido en el Ejemplo 1. Los otros dos silsesquioxanos que contienen vinilo están comercialmente disponibles de Gelest. Los LSR de silicio son los productos de Rhodia Silbione® 4330 y 4305. En la Tabla 1 se ilustran los datos de las composiciones. Los silsesquioxanos que contienen vinilo se incorporan fácilmente en los LSR durante la etapa de mezcla de las dos partes, usando una mezcladora de masa. El nivel de carga de aditivo es entre aproximadamente 0,5 % a 1 % en peso de LSR (ppcc, partes por cien partes de caucho).

Tabla 2. Formulaciones de Ejemplo

	Matriz	Aditivo	% de aditivo (ppcc)
Composición 1	Silbione 4330	Ejemplo 1	0,75
Composición 2	Silbione 4330	VPE-005	1,0
Composición 3	Silbione 4330	VEE-005	0,4
Composición 4	Silbione 4330	VEE-005	0,5
Composición 5	Silbione 4330	VEE-005	0,7
Composición 6	Silbione 4305	VEE-005	0,3
Material de referencia 1	Silbione 4330	No disponible	No disponible
Material de referencia 2	Silbione 4305	No disponible	No disponible

**Ejemplo 3**

Se evalúan las propiedades mecánicas de las seis composiciones y de los materiales de referencia comparativos. Las losas de prueba se moldean por compresión a 177 °C durante 5 minutos y se post-curan a 177 °C durante 4 horas. Las propiedades de tracción, tales como la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura, se evalúan en un aparato Instron usando la norma ASTM D-412. Las pruebas de desgarro se realizan en un aparato Instron según la norma ASTM D-624, y las medidas de dureza se llevan a cabo en un durómetro de Shore A, siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240. Las medidas de viscosidad se realizan en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C. En la Tabla 3 se resumen los resultados.

Tabla 3. Propiedades de las Composiciones de Silicona

	Dureza (Shore A)	Resistencia a la Tracción MPa (psi)	Alargamiento (%)	Módulo a 200 % MPa (psi)	Resistencia al Desgarro kN/m (ppi)	Viscosidad (Pa·s)
Composición 1	7	3,38 (490)	876	0,58 (84)	15,94 (91)	1.128
Composición 2	7	2,19 (318)	820	0,21 (31)	11,73 (67)	1.042
Composición 3	15	3,23 (468)	857	0,55 (80)	15,24 (87)	----
Composición 4	8	2,25 (326)	817	0,23 (34)	10,16 (58)	1.152
Composición 5	5	1,35 (196)	630	0,39 (56)	5,78 (33)	----
Composición 6	1	0,95 (138)	819	0,14 (20)	0,40 (2.3)	----
Material de referencia 1	32	7,65 (1110)	766	1,39 (202)	21,19 (121)	1.279
Material de referencia 2	6	2,39 (346)	868	0,26 (38)	8,58 (49)	35

El promotor de reblandecimiento in situ se usa para convertir los LSR convencionales en LSR de baja dureza. Como se observa con las composiciones 1 a 6, la suavidad del caucho resultante se puede controlar con la cantidad de promotor de reblandecimiento in situ. Los LSR de baja dureza resultantes tienen durezas Shore A que varían de 1 a 15. La adición de los promotores de reblandecimiento in situ a las Formulaciones 1 a 5 disminuye las durezas Shore A en al menos un 53 % en comparación con el Material de Referencia 1. Además, las Formulaciones 1, 2 y 4 tienen viscosidades mayores que 1.000 Pa·s. Comparado con el Material de Referencia 2, la adición del promotor de reblandecimiento in situ a la Composición 6 disminuye la dureza Shore A en un 83 %. Por lo tanto, los promotores de reblandecimiento in situ se pueden añadir a los LSR disponibles comercialmente para producir composiciones de silicona de baja dureza. Además, la adición de los promotores de reblandecimiento in situ produce composiciones de silicona con viscosidades deseables y excelentes propiedades de manipulación.

**Ejemplo 4**

Este Ejemplo ilustra el proceso para preparar un HCR de baja dureza. Se prepara una formulación para un estudio de rendimiento. Específicamente, se añade un silsesquioxano que contiene vinilo a una formulación comercial de HCR como un promotor de reblandecimiento in-situ. El silsesquioxano que contiene vinilo es un material comercialmente disponible de Gelest. El HCR de silicona es producto de Momentive, Sanitech® 50. En la Tabla 4 se ilustran los datos de las Composiciones. Los silsesquioxanos que contienen vinilo se incorporan fácilmente en los HCR durante la etapa de mezcla de las dos partes, usando un molino de dos rodillos. El nivel de carga de aditivo es 1 % en peso de HCR (ppcc, partes por cien partes de caucho).

Tabla 4. Formulaciones de Ejemplo

	Matriz	Aditivo	% de aditivo (ppcc)
Composición 7	Momentive Sanitech 50	VEE-005	1,0
Material de referencia 3	Momentive Sanitech 50	No disponible	No disponible

**Ejemplo 5**

5 Se evalúan las propiedades mecánicas de la Composición 7 y de los Materiales de Referencia. Las losas de prueba se moldean por compresión a 177 °C durante 5 minutos y se post-curan a 177 °C durante 4 horas. Las propiedades de tracción, tales como la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura, se evalúan en un aparato Instron usando la norma ASTM D-412. Las pruebas de desgarro se realizan en un aparato Instron según la norma ASTM D-624, y las medidas de dureza se llevan a cabo en un durómetro de Shore A, siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240. Las medidas de viscosidad se realizan en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C. En la Tabla 5 se resumen los resultados.

Tabla 5. Propiedades de las Composiciones de Silicona

	Dureza (Shore A)	Resistencia a la Tracción MPa (psi)	Alargamiento (%)	Módulo a 200 % MPa (psi)	Resistencia al Desgarro kN/m (ppi)	Viscosidad (Pa·s)
Composición 7	35	8,25 (1196)	897	2,05 (298)	31,17 (178)	11.450
Material de referencia 3	57	1,92 (279)	810	2,81 (407)	35,55 (203)	12.698

15 El promotor de reblandecimiento in situ se usa para convertir los HCR convencionales en HCR de baja dureza. Como se observa con la Composición 7 a, la suavidad del caucho resultante se puede controlar con la cantidad de promotor de reblandecimiento in situ. Los HCR de baja dureza resultantes tienen durezas Shore A que varían de 10 a 40. La adición del promotor de reblandecimiento in situ a la Formulación 7 disminuye las durezas Shore A en al menos un 38 % en comparación con su matriz, el Material de Referencia 3. Además, la Formulación 7 tiene una viscosidad similar al Material de Referencia 3 y se puede procesar de la misma manera. Por lo tanto, el promotor de reblandecimiento in situ se puede añadir a los HCR comercialmente disponibles para producir composiciones de silicona de baja dureza. Además, la adición del promotor de reblandecimiento in situ produce composiciones de silicona con viscosidades deseables y excelentes propiedades de manipulación.

20 El tema descrito anteriormente se ha de considerar ilustrativo, y no restrictivo. Por lo tanto, en la máxima medida permitida por la ley, el alcance de la presente invención se determinará por la interpretación más amplia admisible de las siguientes reivindicaciones, y no deberá ser restringida o limitada por la anterior descripción detallada.

## REIVINDICACIONES

1. Una composición de silicona que comprende:

un polialquilsiloxano y un promotor de reblandecimiento in situ, en donde el polialquilsiloxano comprende opcionalmente grupos funcionales vinilo, hidruro, y fenilo, en donde el promotor de reblandecimiento in situ incluye un silsesquioxano que contiene grupo vinilo, el silsesquioxano que contiene vinilo incluye unidades  $R'SiO_{3/2}$ , en donde R' es un grupo vinilo, un grupo alquilo, un grupo fenilo, o cualquier combinación de los mismos, el promotor de reblandecimiento in situ opcionalmente incluye además unidades  $R_2SiO_{2/2}$ , unidades  $R_3SiO_{1/2}$  y unidades  $SiO_{4/2}$ ,

en donde R es un radical alquilo, radical fenilo, o cualquier combinación de los mismos, en donde la adición del promotor de reblandecimiento in situ disminuye la dureza Shore A de la composición curada de silicona en al menos un 35 %, en donde la composición curada de silicona tiene una dureza Shore A de menos de 40 cuando se mide siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240, y en donde la composición de silicona tiene una viscosidad mayor que 500 Pa·s cuando se mide en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C.

2. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde el silsesquioxano tiene un contenido de vinilo de al menos 30,0 % en peso.

3. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde el promotor de reblandecimiento in situ está presente en una cantidad de 0,1 % en peso a 5,0 % en peso del peso total de la composición de silicona.

4. La composición de silicona de la Reivindicación 1, que además comprende un catalizador y un material de carga.

5. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde el polialquilsiloxano es un caucho de silicona líquida (LSR) o un caucho de goma de alta consistencia (HCR).

6. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde la composición curada de silicona tiene un alargamiento a la rotura de al menos 600 %.

7. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde la composición curada de silicona tiene una resistencia a la tracción de 0,69 a 3,45 MPa (100 psi a 500 psi).

8. La composición de silicona de la Reivindicación 1, en donde la composición curada de silicona tiene una resistencia al desgarro mayor que 0,35 kN/m (2 pli).

9. Un método de preparar una composición de silicona que comprende: mezclar una formulación de silicona en un dispositivo de mezcla; y añadir un promotor de reblandecimiento in situ al dispositivo de mezcla, en donde el promotor de reblandecimiento in situ incluye un silsesquioxano que contiene grupo vinilo, el silsesquioxano que contiene vinilo incluye unidades  $R'SiO_{3/2}$ , en donde R' es un grupo vinilo, un grupo alquilo, un grupo fenilo, o cualquier combinación de los mismos, el promotor de reblandecimiento in situ opcionalmente incluye además unidades  $R_2SiO_{2/2}$ , unidades  $R_3SiO_{1/2}$ , y unidades  $SiO_{4/2}$ , en donde R es un radical alquilo, radical fenilo, o cualquier combinación de los mismos, en donde la adición del promotor de reblandecimiento in situ disminuye la dureza Shore A de la formulación curada de silicona en al menos un 35 %, en donde la composición curada de silicona tiene una dureza Shore A de menos de 40 cuando se mide siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D-2240, y en donde la composición de silicona tiene una viscosidad mayor que 500 Pa·s cuando se mide en un reómetro rotacional ARES de TA Instrument a una frecuencia de 1 Hz y 25 °C.

10. El método de la Reivindicación 9, que además comprende la etapa de vulcanización de dicha composición de silicona.

11. El método de la Reivindicación 9, en donde el silsesquioxano tiene un contenido de vinilo de al menos 30,0 % en peso.

12. El método de la Reivindicación 9, en donde el promotor de adherencia se añade en una cantidad de 0,1 % en peso a 5,0 % en peso del peso total de la formulación de silicona.

13. El método de la Reivindicación 9, en donde la formulación de silicona comprende al menos un polialquilsiloxano, en donde el polialquilsiloxano comprende opcionalmente grupos funcionales vinilo, hidruro, y fenilo.

14. El método de la Reivindicación 13, en donde la formulación de silicona comprende además un catalizador y un material de carga.

15. El uso de una composición de silicona según una de las Reivindicaciones 1 a 8 para aplicaciones de microelectrónica, absorción de vibraciones, aplicaciones para inserción en calzado, aplicaciones de tacto suave, y aplicaciones de protección.