

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
23. Juni 2022 (23.06.2022)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2022/128072 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:  
C08L 101/10 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2020/086176

(22) Internationales Anmeldedatum:  
15. Dezember 2020 (15.12.2020)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(71) Anmelder: WACKER CHEMIE AG [DE/DE]; Hanns-Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(72) Erfinder: STANJEK, Volker; Nelkenweg 5, 84539 Ampfing (DE). ZANDER, Lars; Josef-Leitl-Str. 12, 84503 Altötting (DE).

(74) Anwalt: BUDCZINSKI, Angelika et al.; Wacker Chemie AG, Hanns-Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ,

RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING CROSS-LINKABLE MATERIALS BASED ON ORGANYLOXYSILANE-TERMINATED POLYMERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VERNETZBAREN MASEN AUF BASIS VON ORGANYLOXYSILANTERMINIERTEN POLYMEREN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing cross-linkable materials (M) by mixing (A) 100 wt.% of compounds of the formula  $Y-[(CR^1)_2)_b-SiR_a(OR^2)_{3-a}]_x$ , wherein the groups and indices have the meanings specified in claim 1; (B) 0.1 to 75 wt.% of at least one thixotropic agent selected from fatty acid amides, polyamide waxes, polyamide wax derivatives, hydrated castor oil, hydrated castor oil derivatives, polyester amides, polyureas, oxidized polyethylenes, and metallic soaps, and optionally additional components; optionally carrying out additional successive process steps; and subsequently storing the mixture (M) obtained in this manner. The invention is characterized in that the period from the beginning of the mixing step for (A) and (B) to the end of the storage process for the cross-linkable material (M) is at least 7 days, and all of the process steps are carried out at temperatures below 80 °C during the aforementioned period.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von vernetzbaren Massen (M) durch Vermischen von (A) 100 Gewichtsteilen Verbindungen der Formel  $Y-[(CR^1)_2)_b-SiR_a(OR^2)_{3-a}]_x$ , wobei die Reste und Indizes die in Anspruch 1 angegebenen Bedeutungen haben, (B) 0,1 bis 75 Gewichtsteilen mindestens eines Thixotropiermittels ausgewählt aus Fettsäureamiden, Polyamidwachsen, Polyamidwachsderivaten, hydriertem Rizinusöl, hydrierten Rizinusölderivaten, Polyesteramiden, Polyharnstoffen, oxidierten Polyethylenen und Metallseifen sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten, gegebenenfalls weiteren nachfolgenden Prozessschritten und einer anschließenden Lagerung der so erhaltenen Mischung (M), dadurch gekennzeichnet, dass die Zeitspanne von Beginn des Mischschrittes von (A) und (B) bis Ende der Lagerung der vernetzbaren Masse (M) mindestens 7 Tage beträgt und in diesem Zeitraum alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.



WO 2022/128072 A1

## Verfahren zur Herstellung von vernetzbaren Massen auf Basis von organyloxysilanterminierten Polymeren

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von  
5 vernetzbaren Massen auf Basis von organyloxysilanterminierten  
Polymeren, bevorzugt einkomponentigen, vernetzbaren Massen, und  
deren Verwendung als Kleb- und Dichtstoffe, insbesondere als  
niedermodulige Dichtstoffe.

10 Polymersysteme, die über reaktive Alkoxysilylgruppen verfügen,  
sind seit langem bekannt. Bei Kontakt mit Wasser bzw.  
Luftfeuchtigkeit sind diese alkoxyorganosilanterminierten Polymere  
bereits bei Raumtemperatur in der Lage, unter Abspaltung der  
Alkoxygruppen miteinander zu kondensieren. Eine der wichtigsten  
15 Anwendungen von derartigen Materialien ist die Herstellung von  
Kleb- und Dichtstoffen.

So zeigen Kleb- und Dichtstoffe auf Basis von  
alkoxyorganosilanvernetzenden Polymeren im ausgehärteten Zustand  
20 nicht nur gute Haftungseigenschaften auf einigen Substraten,  
sondern auch sehr gute mechanische Eigenschaften, da sie sowohl  
eine für viele Anwendungen hinreichende Reißfestigkeit als auch  
eine hohe Elastizität aufweisen können. Ein weiterer Vorteil  
organosilanvernetzender Systeme gegenüber zahlreichen anderen Kleb-  
25 und Dichtstofftechnologien (z.B. gegenüber  
isocyanatvernetzenden Systemen) ist die toxikologische  
Unbedenklichkeit der Prepolymere.

Dabei werden in vielen Anwendungen einkomponentige Systeme (1K-  
30 Systeme) bevorzugt, die bei Kontakt mit Luftfeuchtigkeit  
aushärten. Die entscheidenden Vorteile von einkomponentigen  
Systemen sind vor allem deren sehr leichte Applizierbarkeit, da  
hier keine Mischung verschiedener Klebstoffkomponenten durch  
den Anwender erforderlich ist. Neben der Zeit-/Arbeitsersparnis

und der sicheren Vermeidung eventueller Dosierungsfehler, ist bei einkomponentigen Systemen auch nicht die Notwendigkeit gegeben, den Kleb-/Dichtstoff innerhalb eines meist recht engen Zeitfensters zu verarbeiten, wie dies bei mehrkomponentigen Systemen nach erfolgter Durchmischung der beiden Komponenten der Fall ist.

Inzwischen existieren zahlreiche Varianten von Kleb- und Dichtstoffsystemen auf Basis von silanvernetzenden Prepolymeren.

Eine erste besondere Variante besteht im Einsatz von sogenannten  $\alpha$ -silanterminierten Prepolymeren. Diese verfügen über reaktive Alkoxysilylgruppen, die durch einen Methylenspacer mit einer benachbarten Urethaneinheit verbunden sind. Diese Verbindungsklasse ist hochreaktiv und benötigt weder Zinnkatalysatoren noch starke Säuren oder Basen, um bei Luftkontakt hohe Aushärtgeschwindigkeiten zu erreichen. Kommerziell verfügbare  $\alpha$ -silanterminierte Prepolymere sind GENIOSIL® STP-E10 oder -E30 der Wacker Chemie AG.

Eine zweite besondere Variante, welche insbesondere für Klebstoffe auf Basis silanvernetzender Polymere interessant ist, ist beispielsweise in EP 2 744 842 A beschrieben, die neben den silanvernetzenden Polymeren auch noch Phenylsiliconharze enthalten. Die entsprechenden Harzzusätze führen auch zu Klebstoffen, die nach ihrer vollständigen Aushärtung eine erheblich verbesserte Härte und Zugscherfestigkeit aufweisen.

Eine dritte besondere Variante, welche insbesondere für Dichtstoffe auf Basis silanvernetzender Polymere interessant ist, ist beispielsweise in EP 3 149 095 A beschrieben. Dort werden die üblichen, vorzugsweise linearen silanvernetzenden

Polymere, die an beiden Kettenenden ihrer Kettenenden über eine vernetzbare Silanfunktion enthalten, mit silanvernetzenden Polymeren gemischt, die nur an einem Kettenende über reaktive Silangruppen verfügen.

5

Für viele Anwendungen, sowohl im Kleb- als auch im Dichtstoffbereich, werden Formulierungen mit einer hohen Thixotropie gewünscht, d.h. Formulierungen, die bei hohen Scherraten eine niedrige Viskosität aufweisen und somit mit geringem oder zumindest moderatem Kraftaufwand aus der Kartusche oder einem anderen Gebinde appliziert werden können, bei niedrigen Scherraten hingegen hochviskos, idealerweise standfest sind, so dass der applizierte Kleb- oder Dichtstoff nach seiner Applikation bis zu seiner Aushärtung an Ort und Stelle verbleibt. Insbesondere bei Dichtstoffen, die gegebenenfalls auch zum Abdichten senkrechter Fugen verwendet werden, ist diese Eigenschaft unverzichtbar.

10

15

20

Die gewünschte Thixotropie wird dabei meist durch Zugabe eines Thixotropiermittels erreicht, wobei insbesondere Polymamidwachs oder deren Derivate besonders geeignet sind. Derartige Thixotropiermittel und ihr Einsatz in Formulierungen auf Basis von silanvernetzenden Polymeren sind vielfach beschrieben, u.a. in EP 1 767 584 A.

25

30

Nachteilig an dem Einsatz derartiger Thixotropiermittel ist jedoch die Tatsache, dass sie in der Regel durch eine thermische Behandlung der Formulierung, bei der es zu einem zumindest teilweisen Aufschmelzen des Thixotropiermittels kommt, aktiviert werden müssen. Diese thermische Behandlung kann sowohl während bzw. direkt nach der Vermischung der Formulierungsbestandteile oder auch erst, wie dies z.B. in EP 1 767 584 A beschrieben ist, nach der Abfüllung der fertigen

Formulierung in Kartuschen oder sonstige Anwendungsgebilde erfolgen.

Doch unabhängig von der gewählten Vorgehensweise stellt die  
 5 Notwendigkeit für eine thermische Behandlung einen zusätzlichen Arbeitsschritt dar. Erfolgt dieser während oder direkt nach dem Mischschritt, der in der Regel in großvolumigen Mischern durchgeführt wird, so führt dies zu einer erheblichen Verlängerung der Anlagenbelegzeit und damit zu erheblich  
 10 höheren Herstellkosten. Erfolgt die thermische Behandlung hingegen erst durch Aufheizen des jeweiligen Endgebundes, so ist dies mit einem erheblichen logistischen Mehraufwand verbunden und erfordert zudem zusätzliche Wärmekammern und/oder sonstige technische Einrichtungen, die in vielen Fällen nicht  
 15 vorhanden sind.

Aufgabe der Erfindung war somit die Entwicklung eines Verfahrens, das die Nachteile des Standes der Technik nicht mehr aufweist.

20

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von vernetzbaren Massen (M) durch Vermischen von (A) 100 Gewichtsteilen Verbindungen der Formel

25 
$$Y-[(CR^{1}_{2})_{b}-SiR_{a}(OR^{2})_{3-a}]_{x} \quad (I),$$

wobei

Y einen x-wertigen, über Stickstoff, Sauerstoff, Schwefel oder Kohlenstoff gebundenen Polymerrest bedeutet,

30 R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest darstellt, R<sup>1</sup> gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest darstellt, der über Stickstoff, Phosphor,

Sauerstoff, Schwefel oder Carbonylgruppe an das Kohlenstoffatom angebunden sein kann,

$R^2$  gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten

5 Kohlenwasserstoffrest darstellt,

x eine ganze Zahl von 1 bis 10, bevorzugt 1, 2 oder 3,

besonders bevorzugt 1 oder 2, ist,

a gleich oder verschieden sein kann und 0, 1 oder 2, bevorzugt 0 oder 1, ist und

10 b gleich oder verschieden sein kann und eine ganze Zahl von 1 bis 10, bevorzugt 1, 3 oder 4, besonders bevorzugt 1 oder 3, insbesondere 1, ist, und

(B) 0,1 bis 75 Gewichtsteilen mindestens eines

15 Thixotropiermittels ausgewählt aus Fettsäureamiden,

Polyamidwachsen, Polyamidwachsderivaten, hydriertem Rizinusöl, hydrierten Rizinusölderivaten, Polyesteramiden,

Polyharnstoffen, oxidierten Polyethylenen und Metallseifen

20 sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten,

gegebenenfalls weitere nachfolgende Prozessschritte und einer anschließenden Lagerung der so erhaltenen Mischung (M),

25 dadurch gekennzeichnet, dass die Zeitspanne von Beginn des Mischschrittes von (A) und (B) bis Ende der Lagerung der vernetzbaren Masse (M) mindestens 7 Tage beträgt und in diesem Zeitraum alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.

30

Der Beginn des Mischschrittes von (A) und (B) ist dabei als der Zeitpunkt definiert, bei dem erstmalig Teil- oder Gesamtmengen von (A) und (B) zusammengeführt werden. Bei dieser Zusammenfüh-

rung können auch schon andere Komponenten der finalen Masse (M) zugegen sein und/oder gleichzeitig mit eingemischt werden.

Das Ende der Lagerung der vernetzbaren Masse (M) ist als der  
5 Zeitpunkt definiert, bei dem die Masse (M) zum Zwecke der Vernetzung aus einem Gebinde (GB) entfernt wird.

Beispiele für Gebinde (GB) sind Kartuschen, Tuben, Eimer, Schläuche oder auch Großgebände wie Kanister oder Fässer, wobei  
10 es sich bevorzugt bei Gebinde (GB) um Kartuschen handelt.

Weitere Prozessschritte nach dem erfindungsgemäßen Vermischen von (A) und (B) sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten können beliebige Weiterverarbeitungsschritte der Mischung  
15 umfassen, wie z.B. eine thermische Behandlung, Entgasung oder auch auf die thermische Behandlung und/oder Entgasung folgende weitere Mischschritte.

Vorzugsweise umfasst die erfindungsgemäße Lagerung im  
20 erfindungsgemäßen Verfahren auch das Abfüllen und Umfüllen der vernetzbaren Massen (M) in Gebinde (GB), wobei das Abfüllen direkt im Anschluss an das erfindungsgemäße Vermischen der einzelnen Bestandteile oder zu einem beliebig späteren Zeitpunkt während der Lagerung erfolgen kann. Auch  
25 Umfüllschritte aus einem Gebinde (GB) zur Zwischenlagerung in weitere Gebinde (GB) können während der Lagerung durchgeführt werden. Aus dem jeweils letzten Gebinde (GB) erfolgt die finale Anwendung, z.B. als Klebstoff, Dichtstoff oder Beschichtungsmittel.

30

Bevorzugt werden alle Prozessschritte des erfindungsgemäßen Verfahrens beginnend mit der Vermischung der Komponenten (A) und (B), der gegebenenfalls durchgeführten weiteren Prozessschritte sowie der Lagerung bei Temperaturen unterhalb

von 69°C, besonders bevorzugt unterhalb von 59°C, insbesondere unterhalb von 49°C, durchgeführt, wobei während der erfindungsgemäßen Lagerung die fertigen Massen (M) abgefüllt, verpackt und bis zur ihrer bestimmungsgemäßen Verwendung  
5 transportiert werden können.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das Vermischen nach beliebiger und an sich bekannter Art und Weise erfolgen, wie etwa nach Methoden, wie sie zur Herstellung von  
10 feuchtigkeitshärtenden Zusammensetzungen üblich sind. Die Reihenfolge, in der die verschiedenen Bestandteile miteinander vermischt werden, kann dabei beliebig variiert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann beim Druck der umgebenden  
15 Atmosphäre, also etwa 900 bis 1100 hPa, erfolgen. Weiterhin ist es möglich, zeitweilig oder ständig den Druck zu vermindern, z.B. auf 30 bis 500 hPa Absolutdruck, um flüchtige Verbindungen und/oder Luft zu entfernen.

Vorzugsweise wird bei dem erfindungsgemäßen Vermischen der  
20 Komponenten (A) und (B) sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten höchstens für 3 Stunden, besonders bevorzugt höchstens für 2 Stunden, insbesondere höchstens für 1 Stunde, gegebenenfalls unter Erwärmung durch eine Heizvorrichtung bei  
25 Temperaturen von unterhalb 80°C, bevorzugt unterhalb 69°C, besonders bevorzugt unterhalb von 59°C, insbesondere unterhalb von 49°C, gerührt.

In einer besonders bevorzugten Ausführung wird das  
30 erfindungsgemäße Vermischen der Komponenten (A) und (B) sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten lediglich durch die beim Mischvorgang unvermeidlich freiwerdende Reibungswärme und zu keinem Zeitpunkt durch eine Heizvorrichtung erwärmt.



Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren beträgt die Zeitspanne ab dem Zusammenmischen der Komponenten (A) und (B) sowie gegebenenfalls weiteren Komponenten und bis Ende der Lagerung der vernetzbaren Masse (M) vorzugsweise mindestens 10 Tage,

5 besonders bevorzugt mindestens 15 Tage, insbesondere mindestens 20 Tage. Die Lagerung kann dabei in jeder beliebigen Form, d.h. auch in der finalen Verpackung für die Endanwendung erfolgen. Vorzugsweise erfolgt die Lagerung zumindest teilweise in der finalen Verpackung für die Endanwendung.

10

Vorzugsweise wird die erfindungsgemäße Lagerung bei einer Temperatur von -20 bis 45°C, insbesondere von 0 bis 35°C durchgeführt.

15 Vorzugsweise erfolgt das erfindungsgemäße Verfahren unter Ausschluss von (Luft-)Feuchtigkeit.

Der Erfindung liegt die überraschende Entdeckung zugrunde, dass die thermische Behandlung zur Aktivierung des

20 Thixotropiermittels durch die erfindungsgemäße lange Lagerung ersetzt werden kann. Dies erspart den zeit- und

energieaufwändigen Arbeitsschritt einer separaten thermischen Behandlung. Da das erfindungsgemäße Material während der erfindungsgemäß langen Lagerung selbstverständlich auch

25 verpackt, transportiert und bereits an Zwischenhändler, ja sogar an den Endanwender ausgeliefert werden kann, solange es

nicht verwendet wird, ist das erfindungsgemäße Verfahren mit den erfindungsgemäß langen Lagerfristen für den Hersteller

eines Kleb- oder Dichtstoffes oft wesentlich günstiger als das

30 herkömmliche Verfahren, welches eine thermische Aktivierung des Thixotropiermittels vorsieht.

Beispiele für Reste R sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, 1-n-Butyl-, 2-n-Butyl-, iso-Butyl-,

tert.-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert.-Pentylrest; Hexylreste, wie der n-Hexylrest; Heptylreste, wie der n-Heptylrest; Octylreste, wie der n-Octylrest, iso-Octylreste und der 2,2,4-Trimethylpentylrest; Nonylreste, wie der n-Nonylrest; Decylreste, wie der n-Decylrest; Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest; Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Cycloalkylreste, wie der Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptylrest und Methylcyclohexylreste; Alkenylreste, wie der Vinyl-, 1-Propenyl- und der 2-Propenylrest; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl-, Anthryl- und Phenanthrylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste; Xylylreste und Ethylphenylreste; und Aralkylreste, wie der Benzylrest, der  $\alpha$ - und der  $\beta$ -Phenylethylrest.

Beispiele für substituierte Reste R sind Halogenalkylreste, wie der 3,3,3-Trifluor-n-propylrest, der 2,2,2,2',2',2'-Hexafluor-isopropylrest und der Heptafluorisopropylrest, und Halogenarylreste, wie der o-, m- und p-Chlorphenylrest.

Bevorzugt handelt es sich bei Rest R um gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte, einwertige Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um Alkylreste mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, insbesondere um den Methylrest.

Beispiele für Reste R<sup>1</sup> sind Wasserstoffatom, die für R angegebenen Reste sowie über Stickstoff, Phosphor, Sauerstoff, Schwefel, Kohlenstoff oder Carbonylgruppe an das Kohlenstoffatom gebundene, gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffreste.

30

Bevorzugt handelt es sich bei Rest R<sup>1</sup> um Wasserstoffatom oder Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, insbesondere um Wasserstoffatom.

Beispiele für Rest  $R^2$  sind Wasserstoffatom und die für Rest R angegebenen Beispiele.

5 Bevorzugt handelt es sich bei Rest  $R^2$  um Wasserstoffatom oder gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte Alkylreste mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere um den Methyl- oder Ethylrest.

10

Als Polymere, welche dem Polymerrest Y zugrunde liegen, sind im Sinne der vorliegenden Erfindung alle Polymere zu verstehen, bei denen mindestens 50%, bevorzugt mindestens 70%, besonders bevorzugt mindestens 90%, aller Bindungen in der Hauptkette  
 15 Kohlenstoff-Kohlenstoff-, Kohlenstoff-Stickstoff- oder Kohlenstoff-Sauerstoff-Bindungen sind.

Beispiele für Polymerreste Y sind Polyester-, Polyether-, Polyurethan-, Polyalkylen- und Polyacrylatreste.

20

Bei Polymerrest Y handelt es sich bevorzugt um organische Polymerreste, die als Polymerkette Polyoxyalkylene, wie Polyoxyethylen, Polyoxypropylen, Polyoxybutylen, Polyoxytetramethylen, Polyoxyethylen-Polyoxypropylen-Copolymer und Polyoxypropylen-  
 25 Polyoxybutylen-Copolymer; Kohlenwasserstoffpolymere, wie Polyisobutylen und Copolymere von Polyisobutylen mit Isopren; Polychloroprene; Polyisoprene; Polyurethane; Polyester; Polyacrylate; Polymethacrylate; Vinylpolymer oder Polycarbonate enthalten und die vorzugsweise über  $-O-C(=O)-NH-$ ,  $-NH-C(=O)O-$ ,  $-NH-C(=O)-NH-$ ,  $-NR'-C(=O)-NH-$ ,  $NH-C(=O)-NR'-$ ,  $-NH-C(=O)-$ ,  $-C(=O)-NH-$ ,  
 30  $-C(=O)-O-$ ,  $-O-C(=O)-$ ,  $-O-C(=O)-O-$ ,  $-S-C(=O)-NH-$ ,  $-NH-C(=O)-S-$ ,  $-C(=O)-S-$ ,  $-S-C(=O)-$ ,  $-S-C(=O)-S-$ ,  $-C(=O)-$ ,  $-S-$ ,  $-O-$ ,  $-NR'-$  an die Gruppe bzw. Gruppen  $-(CR^1_2)_b-SiR_a(OR^2)_{3-a}$  gebunden sind, wobei  $R'$  gleich oder verschieden sein kann und eine für R

angegebene Bedeutung hat oder für eine Gruppe  $-\text{CH}(\text{COOR}^{\prime\prime})-\text{CH}_2-\text{COOR}^{\prime\prime}$  steht, in der  $\text{R}^{\prime\prime}$  gleich oder verschieden sein kann und eine für  $\text{R}$  angegebene Bedeutung hat.

- 5 Bei Rest  $\text{R}'$  handelt es sich vorzugsweise um eine Gruppe  $-\text{CH}(\text{COOR}^{\prime\prime})-\text{CH}_2-\text{COOR}^{\prime\prime}$  oder einen gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkylgruppe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder um eine  
10 gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte Arylgruppe mit 6 bis 20 Kohlenstoffatomen.

Beispiele für Reste  $\text{R}'$  sind Cyclohexyl-, Cyclopentyl-, n- und iso-Propyl-, n-, iso- und t-Butylrest, die diversen Stereoisomere des Pentylrests, Hexylrests oder Heptylrests sowie der  
15 Phenylrest.

Bei den Resten  $\text{R}^{\prime\prime}$  handelt es sich vorzugsweise um Alkylgruppen mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um Methyl-,  
20 Ethyl- oder Propylreste.

Die Komponente (A) kann dabei die auf die beschriebene Weise angebondenen Gruppen  $-\text{[(CR}^1_2)_b\text{-SiR}_a(\text{OR}^2)_{3-a}]$  an beliebigen Stellen im Polymer aufweisen, wie etwa kettenständig und/oder  
25 endständig.

Besonders bevorzugt handelt es sich bei Rest  $\text{Y}$  in Formel (I) um x-wertige, über Stickstoff, Sauerstoff, Schwefel oder Kohlenstoff gebundene organische Polymerreste, die als Polymerkette  
30 Polyurethane oder Polyoxyalkylene enthalten, insbesondere um Polyurethanreste mit endständig angebondenen Gruppen  $-\text{[(CR}^1_2)_b\text{-SiR}_a(\text{OR}^2)_{3-a}]$  oder Polyoxyalkylenreste mit endständig angebondenen Gruppen  $-\text{[(CR}^1_2)_b\text{-SiR}_a(\text{OR}^2)_{3-a}]$ , wobei die Reste und Indizes die oben genannten Bedeutungen haben. Die Reste  $\text{Y}$  sind

vorzugsweise linear oder weisen 1 bis 3 Verzweigungsstellen auf. Besonders bevorzugt sind sie linear.

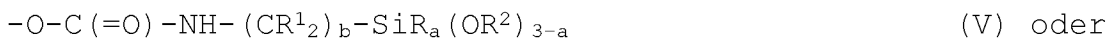
Bei den Polyurethanresten Y handelt es sich bevorzugt um solche, deren Kettenenden über  $\text{-NH-C(=O)O-}$ ,  $\text{-NH-C(=O)-NH-}$ ,  $\text{-NR'-C(=O)-NH-}$  oder  $\text{-NH-C(=O)-NR'-}$ , insbesondere über  $\text{-O-C(=O)-NH-}$  oder  $\text{-NH-C(=O)-NR'-}$ , an die Gruppe bzw. Gruppen  $\text{-[(CR}^1_2)_b\text{-SiR}_a\text{(OR}^2)_3\text{-}_a]$  gebunden sind, wobei sämtliche Reste und Indizes eine der o.g. Bedeutungen haben. Die Polyurethanreste Y sind dabei vorzugsweise aus linearen oder verzweigten Polyoxyalkylenen, insbesondere aus Polypropylenglycolen, und Di- oder Polyisocyanaten herstellbar. Die Reste Y weisen dabei vorzugsweise mittlere Molmassen  $M_n$  (Zahlenmittel) von 400 bis 30 000 g/mol, bevorzugt von 4 000 bis 20 000 g/mol, auf. Geeignete Verfahren zur Herstellung einer entsprechenden Komponente (A) sowie auch Beispiele für die Komponente (A) selbst sind unter anderem in EP 1 093 482 B1 (Absätze [0014]-[0023], [0039]-[0055] sowie Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1) oder EP 1 641 854 B1 (Absätze [0014]-[0035], Beispiele 4 und 6 sowie die Vergleichsbeispiele 1 und 2) beschrieben, die zum Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung zu zählen sind.

Die zahlenmittlere Molmasse  $M_n$  wird dabei im Rahmen der vorliegenden Erfindung mittels Size Exclusion Chromatography (SEC) gegen Polystyrol-Standard, in THF, bei 60°C, Flow Rate 1,2 ml/min und Detektion mit RI (Brechungsindex-Detektor) auf einem Säulenset Styragel HR3-HR4-HR5-HR5 von Waters Corp. USA mit einem Injektionsvolumen von 100  $\mu\text{l}$  bestimmt.

Bei den Polyoxyalkylenresten Y handelt es sich bevorzugt um lineare oder verzweigte Polyoxyalkylenreste, besonders bevorzugt um Polyoxypropylenreste, deren Kettenenden vorzugsweise über  $\text{-O-C(=O)-NH-}$  oder  $\text{-O-}$  an die Gruppe bzw. Gruppen  $\text{-[(CR}^1_2)_b\text{-SiR}_a\text{(OR}^2)_3\text{-}_a]$  gebunden sind, wobei die Reste und Indizes eine der

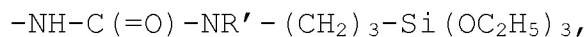
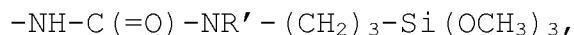
oben genannten Bedeutungen haben. Vorzugsweise sind dabei mindestens 85%, besonders bevorzugt mindestens 90%, insbesondere mindestens 95%, aller Kettenenden über  $-O-C(=O)-NH-$  an die Gruppe  $-[(CR^{1_2})_b-SiR_a(OR^2)_{3-a}]$  gebunden. Die Polyoxyalkylenreste Y weisen vorzugsweise mittlere Molmassen  $M_n$  von 4 000 bis 30 000 g/mol, bevorzugt von 8 000 bis 20 000 g/mol, auf. Geeignete Verfahren zur Herstellung einer entsprechenden Komponente (A) sowie auch Beispiele für die Komponente (A) selbst sind unter anderem in EP 1 535 940 B1 (Absätze [0005]-[0025] sowie Beispiele 1-3 und Vergleichsbeispiel 1-4) oder EP 1 896 523 B1 (Absätze [0008]-[0047]) beschrieben, die zum Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung zu zählen sind.

Bei den Endgruppen der erfindungsgemäß eingesetzten Verbindungen (A) handelt es sich vorzugsweise um solche der allgemeinen Formeln

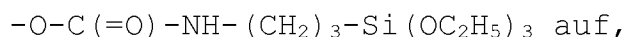


wobei die Reste und Indizes eine der oben dafür angegebenen Bedeutungen haben.

Sofern es sich bei den Verbindungen (A) um Polyurethane handelt, was bevorzugt ist, weisen diese vorzugsweise eine oder mehrere der Endgruppen

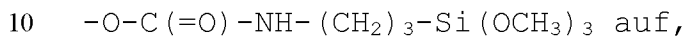
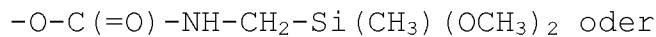
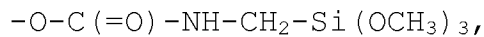
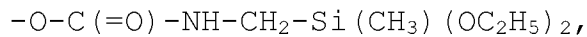
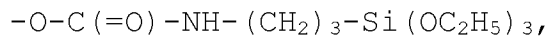
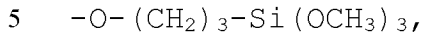
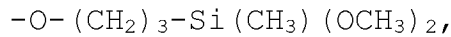


$-O-C(=O)-NH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$  oder



wobei  $R'$  die oben genannte Bedeutung hat.

Sofern es sich bei den Verbindungen (A) um Polypropylenglycole handelt, was besonders bevorzugt ist, weisen diese vorzugsweise eine oder mehrere der Endgruppen



wobei die beiden letztgenannten Endgruppen besonders bevorzugt werden.

Die mittleren Molekulargewichte  $M_n$  der Verbindungen (A) betragen vorzugsweise mindestens 400 g/mol, besonders bevorzugt  
15 mindestens 4 000 g/mol, insbesondere mindestens 10 000 g/mol, und vorzugsweise höchstens 30 000 g/mol, besonders bevorzugt höchstens 20 000 g/mol, insbesondere höchstens 19 000 g/mol.

20 Die Viskosität der Verbindungen (A) beträgt vorzugsweise mindestens 0,2 Pas, bevorzugt mindestens 1 Pas, besonders bevorzugt mindestens 5 Pas, und vorzugsweise höchstens 700 Pas, bevorzugt höchstens 100 Pas, jeweils gemessen bei 20°C.

25 Die Viskosität der erfindungsgemäß eingesetzten Polymere (A) wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung nach einer Temperierung auf 23°C mit einem DV 3 P-Rotationsviskosimeter von Fa. A. Paar (Brookfieldsystem), unter Verwendung von Spindel 5 bei 2,5 UPM entsprechend der ISO 2555 bestimmt.

30

Die erfindungsgemäß eingesetzten Verbindungen (A) sind handelsübliche Produkte oder können nach in der Chemie gängigen Verfahren hergestellt werden.

Die Herstellung der Polymere (A) kann durch bekannte Verfahren erfolgen, wie Additionsreaktionen, wie z.B. der Hydrosilylierung, Michael-Addition, Diels-Alder-Addition oder Reaktionen zwischen isocyanatfunktionellen Verbindungen mit Verbindungen, die isocyanatreaktive Gruppen aufweisen.

Die erfindungsgemäß eingesetzte Komponente (A) kann nur eine Art von Verbindung der Formel (I) enthalten wie auch Gemische unterschiedlicher Arten von Verbindungen der Formel (I). Dabei kann die Komponente (A) ausschließlich Verbindungen der Formel (I) enthalten, in denen mehr als 90%, bevorzugt mehr als 95% und besonders bevorzugt mehr als 98%, aller an den Rest Y gebundenen Silylgruppen identisch sind. Es kann dann aber auch eine Komponente (A) eingesetzt werden, die zumindest zum Teil Verbindungen der Formel (I) enthält, bei denen an einen Rest Y unterschiedliche Silylgruppen gebunden sind. Schließlich können als Komponente (A) auch Gemische verschiedener Verbindungen der Formel (I) eingesetzt werden, in denen insgesamt mindestens 2 unterschiedliche Arten von an Reste Y gebundene Silylgruppen vorhanden sind, wobei jedoch sämtliche an jeweils einen Rest Y gebundenen Silylgruppen identisch sind.

Beispiele für Metallseifen (B) sind Calcium- und Aluminiumstearate.

25

Als Komponente (B) werden hitzeaktivierbare Thixotropiermittel ausgewählt aus Fettsäureamiden, Polyamidwachsen, Polyamidwachsderivaten, hydriertem Rizinusöl und hydrierten Rizinusölderivaten bevorzugt, wobei Fettsäureamide, Polyamidwachse und Polyamidwachsderivate besonders bevorzugt werden. Insbesondere bevorzugt handelt es sich bei Komponente (B) um Polyamidwachse oder Polyamidwachsderivate, ganz besonders bevorzugt um Polyamidwachse.



Die Schmelzpunkte der Thixotropiermittel (B) liegen vorzugsweise zwischen 40°C und 200°C, besonders bevorzugt zwischen 50°C und 150°C, insbesondere bevorzugt zwischen 60 und 150°C, jeweils bei 1013 mbar.

5

Vorzugsweise werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren alle Prozessschritte beginnend mit der Vermischung der Komponenten (A) und (B), der gegebenenfalls gleichzeitigen oder nachfolgenden Einmischung weiterer Komponenten sowie gegebenenfalls

10

weiterer Prozessschritte und die Lagerung der fertigen Masse (M) inkl. ihrem Transport bis zur ihrer Verwendung bei Temperaturen durchgeführt, die mindestens 30°C, besonders

bevorzugt mindestens 40°C, insbesondere mindestens 50°C,

unterhalb des Schmelzpunktes der eingesetzten Komponente (B)

15

liegen, wobei, falls mehrere Thixotropiermittel (B) eingesetzt werden, sich diese Angabe auf dasjenige Thixotropiermittel (B) mit dem höchsten Schmelzpunkt bezieht. Vorzugsweise werden alle Prozessschritte unabhängig von der Schmelztemperatur der

Komponente (B) bei Temperaturen von mindestens -20°C

20

durchgeführt. Alle Prozessschritte mit Ausnahme der Lagerung werden vorzugsweise bei Temperaturen von mindestens 0°C, besonders bevorzugt bei mindestens 10°C und insbesondere bevorzugt bei mindestens 15°C durchgeführt.

25

Kommerziell erhältliche Beispiele für geeignete Thixotropiermittel (B) sind solche mit der Handelsbezeichnung Disparlon® 6500 (Polyamidwachs mit einem Schmelzpunkt von ca. 123 °C der Fa. Kusumoto Chemicals Ltd), Crayvallac® SLT (Polyamidwachs mit einem Schmelzpunkt von 117-127 °C der Fa. Arkema) oder

30

Crayvallac® SLX (Polyamidwachs mit einem Schmelzpunkt von 117-127 °C der Fa. Arkema).

Komponenten (B) wird vorzugsweisen in Mengen von 1 bis 50 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt in Mengen von 3 bis 40 Ge-

wichtsteilen jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Komponente (A) eingesetzt.

Zusätzlich zu den eingesetzten Komponenten (A) und (B) können  
 5 die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) alle weiteren  
 Stoffe enthalten, die auch bisher in vernetzbaren Massen eingesetzt  
 wurden und die unterschiedlich sind zu Komponenten (A)  
 und (B), wie z.B. solche ausgewählt aus der Gruppe von Stickstoff  
 aufweisenden Organosiliciumverbindungen (C), nicht  
 10 reaktiven Weichmachern (D), Füllstoffen (E), Siliconharzen (F),  
 Katalysatoren (G), Haftvermittlern (H), Wasserfängern (I),  
 Additiven (J) und Zuschlagstoffen (K).

Bevorzugt handelt es sich bei gegebenenfalls eingesetzter Kom-  
 15 ponente (C) um Organosiliciumverbindungen enthaltend Einheiten  
 der Formel



20 worin

$R^3$  gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen,  
 gegebenenfalls substituierten SiC-gebundenen, von Stickstoff  
 freien organischen Rest bedeutet,

$R^4$  gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder  
 25 gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffreste bedeutet,

D gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, SiC-  
 gebundenen Rest mit mindestens einem nicht an eine Carbonyl-  
 gruppe (C=O) gebundenen Stickstoffatom bedeutet,

c 0, 1, 2 oder 3, bevorzugt 0 oder 1, ist,

30 d 0, 1, 2 oder 3, bevorzugt 1, 2 oder 3, besonders bevorzugt 2  
 oder 3, ist und

e 0, 1, 2, 3 oder 4, bevorzugt 1, ist,

mit der Maßgabe, dass die Summe aus c+d+e kleiner oder gleich 4  
 ist und pro Molekül mindestens ein Rest D anwesend ist.

Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Organosiliciumverbindungen (C) kann es sich sowohl um Silane handeln, d.h. Verbindungen der Formel (II) mit  $c+d+e=4$ , als auch um Siloxane, d.h. Verbindungen enthaltend Einheiten der Formel (II) mit  $c+d+e \leq 3$ , wobei es sich bevorzugt um Silane handelt.

Beispiele für Rest  $R^3$  sind die für R angegebenen Beispiele.

Bei Rest  $R^3$  handelt es sich vorzugsweise um gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen, insbesondere um den Methylrest.

Beispiele für gegebenenfalls substituierte Kohlenwasserstoffreste  $R^4$  sind die für Rest R angegebenen Beispiele.

Bei den Resten  $R^4$  handelt es sich vorzugsweise um Wasserstoffatom oder gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt um Wasserstoffatom oder Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, insbesondere um Methyl- oder Ethylrest.

Beispiele für Reste D sind Reste der Formeln  $H_2N(CH_2)_3-$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3-$ ,  $H_3CNH(CH_2)_3-$ ,  $C_2H_5NH(CH_2)_3-$ ,  $C_3H_7NH(CH_2)_3-$ ,  $C_4H_9NH(CH_2)_3-$ ,  $C_5H_{11}NH(CH_2)_3-$ ,  $C_6H_{13}NH(CH_2)_3-$ ,  $C_7H_{15}NH(CH_2)_3-$ ,  $H_2N(CH_2)_4-$ ,  $H_2N-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$ ,  $H_2N(CH_2)_5-$ ,  $cyclo-C_5H_9NH(CH_2)_3-$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-$ , Phenyl- $NH(CH_2)_3-$ ,  $(CH_3)_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_2H_5)_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_3H_7)_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_4H_9)_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_5H_{11})_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_6H_{13})_2N(CH_2)_3-$ ,  $(C_7H_{15})_2N(CH_2)_3-$ ,  $H_2N(CH_2)-$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)-$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2NH(CH_2)-$ ,  $H_3CNH(CH_2)-$ ,  $C_2H_5NH(CH_2)-$ ,  $C_3H_7NH(CH_2)-$ ,  $C_4H_9NH(CH_2)-$ ,

$C_5H_{11}NH(CH_2)-$ ,  $C_6H_{13}NH(CH_2)-$ ,  $C_7H_{15}NH(CH_2)-$ ,  $cyclo-C_5H_9NH(CH_2)-$ ,  
 $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)-$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)-$ ,  $(CH_3)_2N(CH_2)-$ ,  
 $(C_2H_5)_2N(CH_2)-$ ,  $(C_3H_7)_2N(CH_2)-$ ,  $(C_4H_9)_2N(CH_2)-$ ,  $(C_5H_{11})_2N(CH_2)-$ ,  
 $(C_6H_{13})_2N(CH_2)-$ ,  $(C_7H_{15})_2N(CH_2)-$ ,  $(CH_3O)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3-$ ,  
 5  $(C_2H_5O)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3-$ ,  $(CH_3O)_2(CH_3)Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3-$  und  
 $(C_2H_5O)_2(CH_3)Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3-$  sowie Umsetzungsprodukte der  
 obengenannten primären Aminogruppen mit Verbindungen, die  
 gegenüber primären Aminogruppen reaktive Doppelbindungen oder  
 Epoxidgruppen enthalten.

10

Bevorzugt handelt es sich bei Rest D um den  $H_2N(CH_2)_3-$ ,  
 $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-$  oder  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-$  Rest.

Beispiele für die erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten

15

Silane der Formel (II) sind  $H_2N(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ ,

$H_2N(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $H_2N(CH_2)_3-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,

$H_2N(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ ,

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OH)_3$ ,

20

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OH)_2CH_3$ ,  $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ ,

$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ ,

$cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,

$cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OH)_3$ ,

$cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)_3-Si(OH)_2CH_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ ,  $Phenyl-$

25

$NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)_3-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,

$Phenyl-NH(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)_3-Si(OH)_3$ ,  $Phenyl-$

$NH(CH_2)_3-Si(OH)_2CH_3$ ,  $HN((CH_2)_3-Si(OCH_3)_3)_2$ ,

$HN((CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3)_2$ ,  $HN((CH_2)_3-Si(OCH_3)_2CH_3)_2$ ,

$HN((CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_2CH_3)_2$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OCH_3)_3$ ,  $cyclo-$

30

$C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,  $cyclo-$

$C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $cyclo-C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OH)_3$ ,  $cyclo-$

$C_6H_{11}NH(CH_2)-Si(OH)_2CH_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)-Si(OCH_3)_3$ ,

$Phenyl-NH(CH_2)-Si(OC_2H_5)_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)-Si(OCH_3)_2CH_3$ ,  $Phenyl-$

$NH(CH_2)-Si(OC_2H_5)_2CH_3$ ,  $Phenyl-NH(CH_2)-Si(OH)_3$  und

Phenyl-NH(CH<sub>2</sub>)-Si(OH)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> sowie deren Teilhydrolysate, wobei  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>,  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,  
cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> und cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>  
5 sowie jeweils deren Teilhydrolysate bevorzugt und  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, cyclo-  
C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> sowie  
jeweils deren Teilhydrolysate besonders bevorzugt sind.

10 Die erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Organosilicium-  
verbindungen (C) können in den erfindungsgemäß hergestellten  
Massen (M) auch die Funktion eines Härtungskatalysators  
oder -cokatalysators übernehmen.

15 Des Weiteren können die erfindungsgemäß gegebenenfalls einge-  
setzten Organosiliciumverbindungen (C) als Haftvermittler  
und/oder als Wasserfänger wirken.

Die erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Organosilicium-  
20 verbindungen (C) sind handelsübliche Produkte bzw. nach in der  
Chemie gängigen Verfahren herstellbar.

Falls die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) Komponente  
(C) enthalten, handelt es sich um Mengen von bevorzugt 0,1 bis  
25 25 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 0,2 bis 20 Gewichtstei-  
len, insbesondere 0,5 bis 15 Gewichtsteilen, jeweils bezogen  
auf 100 Gewichtsteile Komponente (A). Im erfindungsgemäßen  
Verfahren wird bevorzugt Komponente (C) eingesetzt.

30 Als gegebenenfalls eingesetzte nicht reaktive Weichmacher (D)  
können alle nicht reaktiven Weichmacher eingesetzt werden, die  
auch bisher in vernetzbaren Organopolysiloxanmassen eingesetzt  
worden sind.

Bevorzugt handelt es sich bei den nicht reaktiven Weichmachern (D) organische Verbindungen ausgewählt aus den Stoffgruppen bestehend aus

- 5 • vollständig veresterten aromatischen oder aliphatischen Carbonsäuren,
- vollständig veresterten Derivaten der Phosphorsäure,
- vollständig veresterten Derivaten Sulfonsäuren,
- verzweigten oder unverzweigten gesättigten Kohlenwasserstoffen,
- 10 • Polystyrolen,
- Polybutadienen,
- Polyisobutylene,
- Polyestern oder
- Polyethern.

15

Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten nicht reaktiven Weichmachern (D) handelt es sich bevorzugt um solche, die bei Temperaturen  $<80^{\circ}\text{C}$  weder mit Wasser noch mit den Komponenten (A) und (B) reagieren, bei  $20^{\circ}\text{C}$  und 1013 hPa flüssig sind und einen Siedepunkt  $>250^{\circ}\text{C}$  bei 1013 hPa aufweisen.

20

Beispiele für Carbonsäureester (D) sind Phthalsäureester, wie z.B. Dioctylphthalat, Diisooctylphthalat, Diisononylphthalat, Diisodecylphthalat und Diundecylphthalat; perhydrierte Phthalsäureester, wie z.B. 1,2-Cyclohexandicarbonsäurediisononylester und 1,2-Cyclohexandicarbonsäuredioctylester; Adipinsäureester, wie z.B. Dioctyladipat; Benzoesäureester; Ester der Trimellitsäure, Glycolester; Ester gesättigter Alkandiole, wie z.B. 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiolmonoisobutyrate und 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandioldiisobutyrate.

30

Beispiele für Polyether (D) sind Polyethylenglycole, Poly-THF und Polypropylenglycole mit Molmassen von vorzugsweise 200 bis 20 000 g/mol.

5 Bevorzugt handelt es sich bei Weichmacher (D) um solche mit Molmassen, bzw. im Falle polymerer Weichmacher mittlerer Molmassen  $M_n$ , von mindestens 200 g/mol, besonders bevorzugt von größer 500 g/mol, insbesondere von größer 900 g/mol, eingesetzt. Vorzugsweise besitzen sie Molmassen bzw. mittlere Mol-

10 massen  $M_n$  von maximal 20000 g/mol, besonders bevorzugt von maximal 10 000 g/mol, insbesondere höchstens 8 000 g/mol.

In einer bevorzugten Ausführung der Erfindung werden als Komponente (D) phthalsäureesterfreie Weichmacher, wie perhydrierte

15 Phthalsäureester, Ester der Trimellitsäure, Polyester oder Polyether, eingesetzt. Besonders bevorzugt handelt es sich bei Weichmacher (D) um Polyether, insbesondere um Polyethylenglycole, Poly-THF und Polypropylenglycole, ganz besonders bevorzugt um Polypropylenglycole. Die bevorzugten Polyether (D)

20 weisen dabei Molmassen vorzugsweise zwischen 400 und 20 000 g/mol, besonders bevorzugt zwischen 800 und 12 000 g/mol, insbesondere zwischen 1 000 und 8 000 g/mol, auf.

Falls erfindungsgemäß nicht reaktive Weichmacher (D) eingesetzt

25 werden, handelt es sich um Mengen von vorzugsweise 5 bis 300 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 10 bis 200 Gewichtsteilen, insbesondere 20 bis 150 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Komponente (A). Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden bevorzugt Weichmacher (D) eingesetzt.

30

Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Füllstoffen (E) kann es sich um beliebige, bisher bekannte Füllstoffe handeln.

Beispiele für Füllstoffe (E) sind nicht verstärkende Füllstoffe, also Füllstoffe mit einer BET-Oberfläche von vorzugsweise bis zu 50 m<sup>2</sup>/g, wie Quarz, Diatomeenerde, Calciumsilikat, Zirkoniumsilikat, Talkum, Kaolin, Zeolithe, Metalloxidpulver, wie Aluminium-, Titan-, Eisen- oder Zinkoxide bzw. deren Mischoxide, Bariumsulfat, Calciumcarbonat, Gips, Siliciumnitrid, Siliciumcarbid, Bornitrid, Glas- und Kunststoffpulver, wie Polyacrylnitrilpulver; verstärkende Füllstoffe, also Füllstoffe mit einer BET-Oberfläche von mehr als 50 m<sup>2</sup>/g, wie pyrogen hergestellte Kieselsäure, gefällte Kieselsäure, gefällte Kreide und Silicium-Aluminium-Mischoxide, Ruß, wie Furnace- und Acetylenruß großer BET-Oberfläche; Aluminiumtrihydroxid, hohlkugelförmiger Füllstoffe, wie keramische Mikrokugel, elastische Kunststoffkugeln, Glaskugeln oder faserförmige Füllstoffe. Die genannten Füllstoffe können hydrophobiert sein, beispielsweise durch die Behandlung mit Organosilanen bzw. -siloxanen oder mit Stearinsäure oder durch Veretherung von Hydroxylgruppen zu Alkoxygruppen.

Bevorzugt handelt es sich bei den gegebenenfalls eingesetzten Füllstoffen (E) um Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat und/oder Calcium-Magnesium-Mischcarbonate, Talkum, Aluminiumtrihydroxid sowie Kieselsäure. Bevorzugte Calciumcarbonat-Typen sind gemahlen oder gefällt und gegebenenfalls oberflächenbehandelt mit Fettsäuren wie Stearinsäure oder deren Salze. Bei der bevorzugten Kieselsäure handelt es sich bevorzugt um pyrogene Kieselsäure.

Gegebenenfalls eingesetzte Füllstoffe (E) haben einen Feuchtigkeitsgehalt von bevorzugt unter 1 Gew.-%, besonders bevorzugt von unter 0,5 Gew.-%.

Falls erfindungsgemäß Füllstoffe (E) eingesetzt werden, handelt es sich um Mengen von vorzugsweise 10 bis 1000 Gewichtsteilen,



besonders bevorzugt 40 bis 500 Gewichtsteilen, insbesondere 80 bis 300 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Bestandteil (A). Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden bevorzugt Füllstoffe (E) eingesetzt.

5

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat und/oder Calcium-Magnesium-Mischcarbonate als Füllstoff (E1) in Mengen von 10 bis 900 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 40 bis 450 Gewichtsteilen, insbesondere 80 bis 280 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Bestandteil (A) eingesetzt. Neben den Füllstoffen (E1), bevorzugt in den angegebenen Mengen, können noch weitere von (E1) abweichende Füllstoffe (E2) vorhanden sein. Als Füllstoffe (E2) können dabei dieselben Materialien eingesetzt werden, die bereits als Füllstoffe (E) oben beschrieben worden sind, sofern diese nicht unter die Definition von (E1) fallen. Die bevorzugten Gesamtmengen an Füllstoffen (E1) und (E2) entsprechend dabei den oben angegebenen bevorzugten Mengen für Füllstoffe (E).

20

Bei den in den erfindungsgemäßen Massen (M) gegebenenfalls eingesetzten Siliconharzen (F) handelt es sich vorzugsweise um Phenylsiliconharze.

25

Besonders bevorzugte handelt es sich bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Siliconharzen (F) um solche, die zu mindestens 50 Gew.-%, vorzugsweise zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus T-Einheiten der Formeln  $\text{PhSiO}_{3/2}$ ,  $\text{PhSi}(\text{OR}^5)\text{O}_{2/2}$ ,  $\text{PhSi}(\text{OR}^5)_2\text{O}_{1/2}$ ,  $\text{MeSiO}_{3/2}$ ,  $\text{MeSi}(\text{OR}^5)\text{O}_{2/2}$  und/oder  $\text{MeSi}(\text{OR}^5)_2\text{O}_{1/2}$  bestehen, wobei Ph für Phenylrest, Me für den Methylrest und  $\text{R}^5$  für Wasserstoffatom oder gegebenenfalls mit Halogenatomen substituierte Alkylreste mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, bevorzugt für unsubstituierte Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, stehen, jeweils bezogen auf die

30

Gesamtzahl an Einheiten. Dabei bestehen diese Harze vorzugsweise zu mindestens 30 Gew.-%, besonders bevorzugt zu mindestens 40 Gew.-%, aus den drei oben genannten Einheiten mit einer PhSi-Funktion.

5

Insbesondere bevorzugte handelt es sich bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Siliconharzen (F) um solche, die zu mindestens 50 Gew.-%, vorzugsweise zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus T-Einheiten der Formeln  $\text{PhSiO}_{3/2}$ ,  $\text{PhSi}(\text{OR}^5)\text{O}_{2/2}$  und/oder  $\text{PhSi}(\text{OR}^5)_2\text{O}_{1/2}$ , bestehen, wobei alle Variablen die oben genannte Bedeutung aufweisen.

10

Vorzugsweise besitzen die erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Siliconharze (F) eine mittlere Molmasse (Zahlenmittel)  $M_n$  von mindestens 400 g/mol und besonders bevorzugt von mindestens 600 g/mol. Die mittlere Molmasse  $M_n$  der Siliconharze (F) liegt vorzugsweise bei höchstens 400 000 g/mol, besonders bevorzugt bei höchstens 10 000 g/mol, insbesondere bei höchstens 3 000 g/mol.

15

Die erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Siliconharze (F) können bei 23°C und 1000 hPa sowohl fest als auch flüssig sein, wobei Siliconharze (F) bevorzugt flüssig sind. Vorzugsweise besitzen die Siliconharze (F) eine Viskosität von 10 bis 100 000 mPas, vorzugsweise von 50 bis 50 000 mPas, insbesondere von 100 bis 20 000 mPas, jeweils bei 25°C.

20

Die Siliconharze (F) können sowohl in reiner Form als auch in Form einer Mischung in einem geeigneten Lösungsmittel eingesetzt werden, wobei ein Einsatz in reiner Form jedoch bevorzugt wird.

30

Beispiele für als Komponenten (F) einsetzbare Phenylsiliconharze sind handelsübliche Produkte, z.B. verschiedene SILRES®-

Typen der Fa. Wacker Chemie AG, wie SILRES® IC 368, SILRES® IC 678 oder SILRES® IC 231 sowie SILRES® SY231.

Falls zur erfindungsgemäßen Herstellung der Massen (M) Harze  
5 (F) eingesetzt werden, handelt es sich vorzugsweise um Mengen von mindestens 1 Gewichtsteil, besonders bevorzugt mindestens 5 Gewichtsteilen, insbesondere mindestens 10 Gewichtsteilen und vorzugsweise höchstens 1000 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt  
10 höchstens 500 Gewichtsteilen, insbesondere höchstens 300 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile der Komponente (A).

Bei den in den erfindungsgemäßen Massen (M) gegebenenfalls eingesetzten Katalysatoren (G) kann es sich um beliebige, bisher  
15 bekannte Katalysatoren für durch Silankondensation härtende Massen handeln.

Beispiele für metallhaltige Härtungskatalysatoren (G) sind organische Titan- und Zinnverbindungen, beispielsweise Titan-  
20 säureester, wie Tetrabutyltitanat, Tetrapropyltitanat, Tetraisopropyltitanat und Titanetraacetylacetonat; Zinnverbindungen, wie Dibutylzinndilaurat, Dibutylzinmaleat, Dibutylzinndiacetat, Dibutylzinndioctanoat, Dibutylzinnacetylacetonat, Dibutylzinnoxide, und entsprechende  
25 Dioctylzinnverbindungen.

Beispiele für metallfreie Härtungskatalysatoren (G) sind basische Verbindungen, wie Triethylamin, Tributylamin, 1,4-Diazabicyclo[2,2,2]octan, 1,5-Diazabicyclo[4.3.0]non-5-en, 1,8-Diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en, 1,1,2,2-Tetramethylguanidin, 1,1,2,3-  
30 Tetramethylguanidin, N,N-Bis-(N,N-dimethyl-2-aminoethyl)-methylamin, N,N-Dimethylcyclohexylamin, N,N-Dimethylphenylamin und N-Ethylmorpholinin.

Ebenfalls als Katalysator (G) können saure Verbindungen eingesetzt werden, wie Phosphorsäure und ihre teilveresterten Derivate, Toluolsulfonsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure oder auch organische Carbonsäuren, z.B. Essigsäure und Benzoesäure.

5

Falls erfindungsgemäß Katalysatoren (G) eingesetzt werden, handelt es sich um Mengen von vorzugsweise 0,01 bis 20 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 0,05 bis 5 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Bestandteil (A).

10

In einer Ausführung der Erfindung handelt es sich bei den gegebenenfalls eingesetzten Katalysatoren (G) um metallhaltige Härtingkatalysatoren, bevorzugt um zinnhaltige Katalysatoren.

Diese Ausführungsform der Erfindung ist insbesondere dann

15

bevorzugt, wenn die Komponente (A) ganz oder zumindest teilweise, d.h. zu mindestens 90 Gew.-%, vorzugsweise zu mindestens 95 Gew.-%, aus Verbindungen der Formel (I) besteht, in denen  $b$  ungleich 1 ist.

20

Zur erfindungsgemäßen Herstellung der Massen (M) kann vorzugsweise dann auf metallhaltige Katalysatoren (G), und insbesondere auf Zinn enthaltende Katalysatoren, verzichtet werden, wenn die Komponente (A) ganz oder zumindest teilweise, d.h. zu mindestens 10 Gew.-%, vorzugsweise zu mindestens 20

25

Gew.-%, aus Verbindungen der Formel (I) besteht, in denen  $b$  gleich 1 ist und  $R^1$  die Bedeutung von Wasserstoffatom hat.

Diese Ausführungsform der Erfindung ohne metall- und insbesondere ohne zinnhaltige Katalysatoren wird besonders bevorzugt.

30

Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Haftvermittlern (H) kann es sich um beliebige, bisher für durch Silan-kondensation härtende Systeme beschriebene Haftvermittler handeln.

Beispiele für Haftvermittler (H) sind Epoxysilane, wie Glycidoxypropyltrimethoxysilane, Glycidoxypropyl-methyldimethoxysilan, Glycidoxypropyltriethoxysilan oder Glycidoxypropyl-methyl-  
5 diethoxysilan, 2-(3-Triethoxysilylpropyl)-maleinsäureanhydrid, N-(3-Trimethoxysilylpropyl)-harnstoff, N-(3-Triethoxysilylpropyl)-harnstoff, N-(Trimethoxysilylmethyl)-harnstoff, N-(Methyldimethoxysilylmethyl)-harnstoff, N-(3-Triethoxysilylmethyl)-harnstoff, N-(3-Methyldiethoxysilylmethyl)harnstoff, O-Methyl-  
10 carbamatomethyl-methyldimethoxysilan, O-Methylcarbamatomethyl-trimethoxysilan, O-Ethylcarbamatomethyl-methyldiethoxysilan, O-Ethylcarbamatomethyl-triethoxysilan, 3-Methacryloxypropyl-trimethoxysilan, Methacryloxymethyl-trimethoxysilan, Methacryloxymethyl-methyldimethoxysilan, Methacryloxymethyl-trieth-  
15 oxysilan, Methacryloxymethyl-methyldiethoxysilan, 3-Acryloxypropyl-trimethoxysilan, Acryloxymethyl-trimethoxysilan, Acryloxymethyl-methyldimethoxysilane, Acryloxymethyl-triethoxysilan und Acryloxymethyl-methyldiethoxysilan sowie deren Teilkondensate.

20

Falls bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Haftvermittler (H) eingesetzt werden, handelt es sich um Mengen von vorzugsweise 0,5 bis 30 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile vernetzbare  
25 Masse (M).

Bei den im erfindungsgemäßen Verfahren gegebenenfalls eingesetzten Wasserfängern (I) kann es sich um beliebige, für durch Silankondensation härtende Systeme beschriebene Wasserfänger  
30 handeln.

Beispiele für Wasserfänger (I) sind Silane wie Vinyltrimethoxysilan, Vinyltriethoxysilan, Vinylmethyldimethoxysilan, Phenyltrimethoxysilan, Phenyltriethoxysilan, Phenylmethyldimeth-

oxysilan, Tetraethoxysilan, O-Methylcarbamatomethyl-  
methyldimethoxysilan, O-Methylcarbamatomethyl-trimethoxysilan,  
O-Ethylcarbamatomethyl-methyldiethoxysilan, O-Ethyl-  
carbamatomethyl-triethoxysilan, und/oder deren Teilkondensate  
5 sowie Orthoester, wie 1,1,1-Trimethoxyethan, 1,1,1-  
Triethoxyethan, Trimethoxymethan und Triethoxymethan, wobei  
Vinyltrimethoxysilan bevorzugt ist.

Falls die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) Wasserfänger  
10 (I) enthalten, handelt es sich um Mengen von vorzugsweise 0,5  
bis 30 Gewichtsteilen, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gewichts-  
teilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile vernetzbare Masse  
(M). Im erfindungsgemäßen Verfahren werden bevorzugt Wasser-  
fänger (I) eingesetzt.

15 Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Additiven  
(J) kann es sich um beliebige, bisher bekannte für silanver-  
netzende Systeme typische Additive handeln.

20 Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Additiven  
(J) handelt es sich um von den bisher genannten Komponenten ab-  
weichende Verbindungen, bevorzugt um Antioxidantien, UV-Stabi-  
lisatoren, wie z.B. sog. HALS-Verbindungen, Fungizide, handels-  
übliche Entschäumer, z.B. der Firma BYK (D-Wesel),  
25 handelsübliche Netzmittel, z.B. der Firma BYK (D-Wesel) oder  
Pigmente.

Falls zur erfindungsgemäßen Herstellung der Massen (M) Additive  
(J) eingesetzt werden, was bevorzugt ist, handelt es sich um  
30 Mengen von vorzugsweise 0,01 bis 30 Gewichtsteilen, besonders  
bevorzugt 0,1 bis 10 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100  
Gewichtsteile Bestandteil (A).

Bei den erfindungsgemäß gegebenenfalls eingesetzten Zuschlagsstoffen (K) handelt es sich bevorzugt um Tetraalkoxysilane, z.B. Tetraethoxysilan, und/oder deren Teilkondensate, Reaktivweichmacher, von Komponente (B) verschiedene  
5 Rheologieadditive, Flammschutzmittel oder organische Lösungsmittel.

Bevorzugte Reaktivweichmacher (K) sind Verbindungen, die Alkylketten mit 6 bis 40 Kohlenstoffatome enthalten und eine  
10 gegenüber den Verbindungen (A) reaktive Gruppe besitzen. Beispiele sind Isooctyltrimethoxysilan, Isooctyltriethoxysilan, N-Octyltrimethoxysilan, N-Octyltriethoxysilan, Decyltrimethoxysilan, Decyltriethoxysilan, Dodecyltrimethoxysilan, Dodecyltriethoxysilan,  
15 Tetradecyltrimethoxysilan, Tetradecyltriethoxysilan, Hexadecyltrimethoxysilan sowie Hexadecyltriethoxysilan.

Als Flammschutzmittel (K) können alle Flammschutzmittel eingesetzt werden, wie sie für Kleb- und Dichtstoffsysteme typisch  
20 sind, bevorzugt halogenierte Verbindungen und (Teil-)Ester der Phosphorsäure sowie deren Derivate, insbesondere (Teil-)Ester, der Phosphorsäure.

Beispiele für organische Lösungsmittel (K) sind niedermolekulare  
25 Ether, Ester, Ketone, aromatische und aliphatische sowie gegebenenfalls halogenhaltige Kohlenwasserstoffe und Alkohole, wobei letztere bevorzugt werden.

Den erfindungsgemäßen Massen (M) werden vorzugsweise keine  
30 organischen Lösungsmittel (K) zugesetzt.

Falls zur erfindungsgemäßen Herstellung der Massen (M) eine oder mehrere Komponenten (K) eingesetzt werden, handelt es sich jeweils um Mengen von bevorzugt 0,5 bis 200 Gewichtsteilen,

besonders bevorzugt 1 bis 100 Gewichtsteilen, insbesondere 2 bis 70 Gewichtsteilen, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Komponente (A).

- 5 Bei einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden
- (A) 100 Gewichtsteile Verbindungen der Formel (I),
  - (B) 0,1-50 Gewichtsteile Thixotropiermittel,
  - (C) 0,1-25 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen enthaltend
- 10 Einheiten der Formel (II),  
gegebenenfalls (D) nicht reaktive Weichmacher,  
gegebenenfalls (E) Füllstoffe,  
gegebenenfalls (F) Siliconharze  
gegebenenfalls (G) Katalysatoren,
- 15 gegebenenfalls (H) Haftvermittler,  
gegebenenfalls (I) Wasserfänger,  
gegebenenfalls (J) Additive und  
gegebenenfalls (K) Zuschlagstoffe  
miteinander vermischt und anschließend die so erhaltene
- 20 Mischung für mindestens 7 Tage gelagert, wobei alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.

- Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des erfindungs-
- 25 gemäßen Verfahrens werden
- (A) 100 Gewichtsteile Verbindungen der Formel (I),
  - (B) 1 bis 40 Gewichtsteile Thixotropiermittel,
  - (C) 0,1-25 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen enthaltend
- Einheiten der Formel (II),
- 30 gegebenenfalls (D) nicht reaktive Weichmacher,  
(E) 10-1000 Gewichtsteile Füllstoffe,  
gegebenenfalls (F) Siliconharze,  
gegebenenfalls (G) Katalysatoren,  
gegebenenfalls (H) Haftvermittler,



gegebenenfalls (I) Wasserfänger,  
gegebenenfalls (J) Additive und  
gegebenenfalls (K) Zuschlagstoffe  
miteinander vermischt und anschließend die so erhaltene Mi-  
5 schung für mindestens 7 Tage gelagert, wobei alle  
Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C  
durchgeführt werden.

Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform des  
10 erfindungsgemäßen Verfahrens werden  
(A) 100 Gewichtsteile Verbindungen der Formel (I),  
(B) 1 bis 40 Gewichtsteile Thixotropiermittel,  
(C) 0,1-25 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen enthaltend  
Einheiten der Formel (II),  
15 (D) 10-300 Gewichtsteile nicht reaktive Weichmacher,  
(E) 10-1000 Gewichtsteile Füllstoffe,  
gegebenenfalls (F) Siliconharze,  
gegebenenfalls (G) Katalysatoren,  
gegebenenfalls (H) Haftvermittler,  
20 gegebenenfalls (I) Wasserfänger,  
gegebenenfalls (J) Additive und  
gegebenenfalls (K) Zuschlagstoffe  
miteinander vermischt und anschließend die so erhaltene Mi-  
schung für mindestens 7 Tage gelagert, wobei alle  
25 Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C  
durchgeführt werden.

Bei einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform des  
erfindungsgemäßen Verfahrens werden  
30 (A) 100 Gewichtsteile Verbindungen der Formel (I),  
(B) 1 bis 40 Gewichtsteile Thixotropiermittel,  
(C) 0,1-25 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen enthaltend  
Einheiten der Formel (II),  
(F) 10-200 Gewichtsteile Weichmacher,

(E1) 10-800 Gewichtsteile Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat und/oder Calcium-Magnesium-Mischcarbonate, gegebenenfalls (E2) von den Komponenten (E1) abweichende Füllstoffe,

- 5 gegebenenfalls (F) Siliconharze,  
gegebenenfalls (G) Katalysatoren,  
gegebenenfalls (H) Haftvermittler,  
gegebenenfalls (I) Wasserfänger,  
gegebenenfalls (J) Additive und  
10 gegebenenfalls (K) Zuschlagstoffe  
miteinander vermischt und anschließend die so erhaltene Mischung für mindestens 7 Tage gelagert, wobei alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.

- 15 Bei den erfindungsgemäß eingesetzten Komponenten kann es sich jeweils um eine Art einer solchen Komponente wie auch um ein Gemisch aus mindestens zwei Arten einer jeweiligen Komponente handeln.

- 20 Bevorzugt werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren keine über die Komponenten (A) bis (K) hinausgehende Komponenten eingesetzt.

- 25 Bei den erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) handelt es sich bevorzugt um pastöse Massen. Diese weisen nach einer 21-tägigen Lagerung bei 23 °C vorzugsweise einen Betrag der Viskosität bestimmt gemäß DIN 54458 bei 25°C und einer 0,1% Deformation von 100 bis 100 000 Pas, besonders bevorzugt von  
30 1 000 bis 50 000 Pas, insbesondere von 2 000 bis 30 000 Pas, auf.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt die Abfüllung vorzugsweise zu einem Zeitpunkt, bei dem die Masse (M) bei 25 °C

einen Viskositätsbetrag gemessen gemäß DIN 54458 bei einer Deformation von 100% aufweist, der mindestens um einen Faktor 1,5, bevorzugt mindestens um einen Faktor 2, besonders bevorzugt mindestens um einen Faktor 3, unterhalb des unter identischen Bedingungen gemessenen Viskositätsbetrages liegt, den dieselbe Masse (M) nach einer Lagerung von 21 Tagen bei 23°C nach ihrer Herstellung erreicht hat.

In einer weiteren bevorzugten Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt die Abfüllung zu einem Zeitpunkt, bei dem die Masse (M) bei 25 °C einen Viskositätsbetrag gemessen gemäß DIN 54458 bei einer Deformation von 0,1% aufweist, der mindestens um einen Faktor 2, bevorzugt mindestens um einen Faktor 3, besonders bevorzugt mindestens um einen Faktor 4, insbesondere bevorzugt mindestens um einen Faktor 5 unterhalb des unter identischen Bedingungen gemessenen Viskositätsbetrages liegt, den dieselbe Masse (M) nach einer Lagerung von 21 Tagen bei 23°C nach ihrer Herstellung erreicht hat.

Vorzugsweise wird die vernetzbare Masse (M) nach dem Abfüllen in das Gebinde (GB) höchstens auf Temperaturen unterhalb von 69°C, besonders bevorzugt höchstens auf Temperaturen unterhalb von 59°C, insbesondere bevorzugt höchstens auf Temperaturen unterhalb von 49°C, erwärmt.

25

In einer bevorzugten Ausführung der Erfindung wird die vernetzbare Masse (M) nach dem Abfüllen in das Gebinde (GB) durch keinerlei Heizvorrichtung auf Temperaturen über 45°C, besonders bevorzugt auf Temperaturen über 35°C, insbesondere auf Temperaturen über 25°C, erwärmt.

In dieser bevorzugten Ausführungsform können allerdings Lager-temperaturen oberhalb der genannten Grenzen auftreten, wenn diese ohne Heizvorrichtung, z.B. durch hohe Außentemperaturen

und/oder Umgebungstemperaturen während der Lagerung und/oder des Transportes erreicht werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt werden.

Bei den erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) handelt es sich bevorzugt um einkomponentige vernetzbare Massen. Die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) können aber auch Teil von zweikomponentigen Vernetzungssystemen sein, bei denen in einer zweiten Komponente OH-haltige Verbindungen, wie Wasser, hinzugefügt werden.

Die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) sind bei Ausschluss von Wasser lagerfähig und bei Zutritt von Wasser vernetzbar.

Die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) können für alle Zwecke eingesetzt werden, für die auch bisher vernetzbare Massen auf der Basis von Organosiliciumverbindungen eingesetzt worden sind, wie beispielsweise zur Herstellung von Formkörpern durch Vernetzung sowie zur Herstellung von Materialverbunden.

Für die Vernetzung der erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) reicht der übliche Wassergehalt der Luft aus. Die Vernetzung der erfindungsgemäßen Massen (M) erfolgt vorzugsweise bei Raumtemperatur. Sie kann, falls erwünscht, auch bei höheren oder niedrigeren Temperaturen als Raumtemperatur, z.B. bei  $-5^{\circ}\text{C}$  bis  $15^{\circ}\text{C}$  oder bei  $30^{\circ}\text{C}$  bis  $50^{\circ}\text{C}$  und/oder mittels den normalen Wassergehalt der Luft übersteigenden Konzentrationen von Wasser durchgeführt werden.

Vorzugsweise haben die erfindungsgemäß hergestellten Formkörper eine Reißfestigkeit von mindestens 1,0 MPa, besonders bevorzugt von mindestens 1,5 MPa jeweils gemessen nach DIN EN 53504-S1.

- 5 Vorzugsweise weisen die erfindungsgemäß hergestellten Formkörper eine Reißdehnung von mindestens 100%, besonders bevorzugt von mindestens 200%, jeweils gemessen nach DIN EN 53504-S1.

Bei den erfindungsgemäß hergestellten Formkörpern kann es sich  
10 um beliebige Formkörper handeln, wie etwa Dichtungen, Pressartikel, extrudierte Profile, Beschichtungen, Imprägnierungen, Verguss, Linsen, Prismen, polygone Strukturen, Laminat- oder Klebschichten.

- 15 Beispiele hierfür sind Fugendichtungen, Beschichtungen, Verguss, die Herstellung von Formartikeln, Verbundmaterialien und Verbundformteile. Unter Verbundformteilen soll hier ein einheitlicher Formartikel aus einem Verbundmaterial verstanden werden, der aus einem Vernetzungsprodukt der erfindungsgemäßen  
20 Massen (M) und mindestens einem Substrat so zusammengesetzt ist, dass zwischen den beiden Teilen eine feste, dauerhafte Verbindung besteht.

Bei der Herstellung von Materialverbunden kann die erfindungsgemäß hergestellte Masse (M) auch zwischen mindestens zwei  
25 gleichen oder verschiedenen Substraten vulkanisiert werden, wie z.B. bei Verklebungen, Laminaten oder Einkapselungen.

Beispiele für Substrate, die erfindungsgemäß verklebt oder  
30 abgedichtet werden können, sind Kunststoffe inkl. PVC, Metalle, Beton, Holz, mineralische Untergründe, Glas, Keramik und lackierte Oberflächen.

Die erfindungsgemäß hergestellten Massen (M) können für alle Verwendungszwecke eingesetzt werden, für die unter Ausschluss von Wasser lagerfähige, bei Zutritt von Wasser bei Raumtemperatur zu Elastomeren vernetzende Massen eingesetzt werden  
5 können.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat den Vorteil, dass die erfindungsgemäßen Massen (M) leicht und auf Grund des nicht mehr notwendigen Heizschrittes auch besonders schnell und mit  
10 niedrigem Energieaufwand herzustellen sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat des Weiteren den Vorteil, dass sich die Massen (M) schnell in die jeweiligen Gebinde zur Endanwendung abfüllen lassen, da diese Abfüllung bei Viskositäten erfolgen kann, die deutlich niedriger sind als zum  
15 Zeitpunkt der jeweiligen Endanwendung. Das ist insbesondere dann von Vorteil, wenn für die Endanwendung hochviskose und/oder hochthixotrope Massen benötigt oder zumindest erwünscht sind.

20

Die erfindungsgemäß hergestellten vernetzbaren Massen (M) haben den Vorteil, dass sie sich durch eine sehr hohe Lagerstabilität und eine hohe Vernetzungsgeschwindigkeit auszeichnen.

25 Ferner haben die erfindungsgemäß hergestellten vernetzbaren Massen (M) den Vorteil, dass sie ein ausgezeichnetes Haftungsprofil aufweisen.

Des Weiteren haben die erfindungsgemäß hergestellten  
30 vernetzbaren Massen (M) den Vorteil, dass sie leicht zu verarbeiten sind.

Sofern nicht anders angegeben, werden sämtliche Arbeitsschritte in den nachstehenden Beispielen bei einem Druck der umgebenden

Atmosphäre, also bei 1013 hPa, und bei Raumtemperatur, also bei 23°C, bzw. bei einer Temperatur, die sich beim Zusammengeben der Reaktanden bei Raumtemperatur ohne zusätzliche Heizung oder Kühlung einstellt, durchgeführt. Die Vernetzung der Massen (M) wird bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50% durchgeführt. Des Weiteren beziehen sich alle Angaben von Teilen und Prozentsätzen, soweit nichts anderes angegeben ist, auf das Gewicht.

### **Beispiel 1: Herstellung einer elastischen Klebstoffformulierung**

180 g eines beidseitig silanterminierten Polypropylenglycols mit einer mittleren Molmasse ( $M_n$ ) von 18000 g/mol und Endgruppen der Formel  $-O-C(=O)-NH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$  (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® STP-E35 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) werden in einem Laborplanetenmischer der Fa. PC-Laborsystem, ausgestattet mit einem Balkenmischer und einem Dissolver, bei ca. 25°C mit 250 g Diisoundecylphthalat als Weichmacher, 224 g einer mit Fettsäure beschichteten gefällten Kreide mit einem mittleren Teilchendurchmesser (D50%) von ca. 0,07  $\mu m$  (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung Hakuenka® CCR S10 bei der Fa. Shiraishi Omya GmbH, AT-Gumern), 224 g eines mit Stearinsäure beschichteten Calciumcarbonats mit einem mittleren Teilchendurchmesser (D50%) von ca. 2,0  $\mu m$  (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung Omyabond 520 bei der Omya, D-Köln), 40 g eines Titandioxids mit einem  $TiO_2$ -Gehalt >92,0%, einer Standardklassifizierung nach DIN EN ISO 591 von R2, dem Farbindex Pigment White 6, und einer Schüttdichte von 3,9 kg/l und einer Ölzahl von 19 g / 100 g (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung Kronos® 2360 bei der Fa. Kronos, USA Dallas) und 40 g eines mikronisierten Polyamidwachses mit einem Schmelzpunkt von 117-127 °C (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung Crayvallac® SLX von der Arkema, Frankreich) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 200 U/min homogenisiert.

Danach wird für 15 min mit 600 U/min mit dem Balkenmischer und 1000 U/min mit dem Dissolver gerührt. Durch die eingetragene Rührenergie erwärmt sich der Ansatz auf ca. 43 °C. Anschließend wird wieder auf 25 °C abgekühlt.

5

Danach werden 10 g einer Stabilisatormischung enthaltend einen Hindered Amine Light Stabilizer (HALS) und einen UV-Absorber (käuflich erhältlich unter dem Namen GENIOSIL® Stabilisator F bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München), 20 g

10 Vinyltrimethoxysilan (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® XL 10 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) und 2 g Dioctylzinndilaurat (käuflich erhältlich unter dem Namen TIB Kat 216 bei der Fa. TIB Chemicals AG, D-Mannheim) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 600 U/min und 1000 U/min mit dem  
15 Dissolver eingerührt. Dabei kommt es zu keiner nennenswerten Erwärmung der Mischung. Schließlich werden noch 10 g N-(2-Aminoethyl)-3-Aminopropyl-trimethoxysilan (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® GF 9 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 600  
20 U/min und 1000 U/min mit dem Dissolver eingerührt. Auch dabei kommt es zu keiner nennenswerten Erwärmung der Mischung.

Zuletzt wird für 1 Minute bei 600 U/min mit dem Balkenmischer und für 1 Minute bei 200 U/min mit dem Balkenmischer beim Druck  
25 von ca. 100 mbar homogenisiert und blasenfrei gerührt.

Die so erhaltene Masse wird in 310 ml PE-Kartuschen abgefüllt, luftdicht verschlossen und 3 Wochen bei 23°C vor der Untersuchung gelagert.

30

### Beispiel 2

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass die fertige Kartusche vor der Untersuchung für 3 Wochen bei 8°C gelagert wird.



**Vergleichsbeispiel 1 (V1)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass das erhaltene, blasenfrei gerührt Material ohne jede Lagerung  
5 direkt in den in Beispiel 3 beschriebenen Untersuchungen eingesetzt wird.

**Vergleichsbeispiel 2 (V2)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass  
10 die fertige Kartusche vor den in Beispiel 3 beschriebenen Untersuchungen lediglich für 24 h bei 23 °C gelagert wird.

**Vergleichsbeispiel 3 (V3)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass  
15 die fertige Kartusche vor der Untersuchung zunächst für 3 h bei 80°C und anschließend für 3 Wochen bei 23°C gelagert wird.

**Vergleichsbeispiel 4 (V4)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass  
20 die fertige Kartusche vor der Untersuchung zunächst für 3 h bei 110°C und anschließend für 3 Wochen bei 23°C gelagert wird.

**Vergleichsbeispiel 5 (V5)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 1 beschrieben, nur dass  
25 die Mischung bei dem ersten Mischschritt nach der Polyamidzugabe (Crayvallac® SLX) mittels einer externen Heizung auf 80°C erwärmt und die Temperatur für 15 min gehalten wird. Alle weiteren Arbeitsschritte sind identisch, und auch in diesem Fall wird die fertige Kartusche für 3 Wochen bei 23°C  
30 gelagert.

**Beispiel 3: Bestimmung der Eigenschaften der Proben aus den Beispielen 1 und 2 sowie den Vergleichsbeispielen (V1) bis (V4)**

### Hautbildungszeit (HBZ)

Zur Bestimmung der Hautbildungszeit werden die in den Beispielen erhaltenen vernetzbaren Massen in einer 2 mm dicken Schicht auf PE-Folie aufgetragen und bei Normklima (23°C und 50% relative Luftfeuchtigkeit) gelagert. Während des Aushärtens wird alle 5 min die Bildung einer Haut getestet. Dazu wird ein trockener Laborspatel vorsichtig auf die Oberfläche der Probe aufgesetzt und nach oben gezogen. Bleibt Probe am Finger kleben, hat sich noch keine Haut gebildet. Bleibt keine Probe am Finger mehr kleben, so hat sich eine Haut gebildet und die Zeit wird notiert. Die Ergebnisse befinden sich in Tabelle 1.

### Mechanische Eigenschaften

Die Massen wurden jeweils auf ausgefrästen Teflonplatten mit 2 mm Tiefe ausgestrichen und 2 Wochen bei 23°C, 50 rel. Luftfeuchte gehärtet.

Die Shore-A-Härte wird gemäß DIN EN 53505 bestimmt.

Die Reißfestigkeit wird gemäß DIN EN 53504-S1 bestimmt.

Die Reißdehnung wird gemäß DIN EN 53504-S1 bestimmt.

Das 100%-Modul wird gemäß DIN EN 53504-S1 bestimmt.

Die Ergebnisse befinden sich in Tabelle 1.

### Rheologische Eigenschaften

Der Betrag der Viskosität bei 0,1% Deformation wird gemäß DIN 54458 bei 25 °C bestimmt.

Der Betrag der Viskosität bei 100% Deformation wird gemäß DIN 54458 bei 25 °C bestimmt.

Die Ergebnisse befinden sich in Tabelle 1.

Tabelle 1

Masse aus Beispiel	1	2	V1	V2	V3	V4	V5
HBZ [min]	14	13	14	15	12	12	13
Shore-A-Härte	45	47	46	45	44	47	46
Reißfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	1,7	1,6	1,7	1,7	1,7	1,6	1,7
Reißdehnung [%]	229	238	231	266	245	238	243
100%-Modul [MPa]	1,1	1,0	1,1	1,1	1,0	1,0	1,1
Betrag Viskosität bei 0,1% Deformation [Pas]	8930	5170	550	650	8780	7610	1860
Betrag Viskosität bei 100% Deformation [Pas]	93	72	18	20	94	94	38

Es zeigt sich, dass die erfindungsgemäßen Massen auch ohne eine thermische Behandlung während der erfindungsgemäß langen

- 5 Lagerung thixotrope Eigenschaften entwickeln, die den Eigenschaften thermisch behandelter Massen in nichts nachstehen bzw. teilweise sogar überlegen sind.

Gleichzeitig zeigt sich durch die Ergebnisse der

- 10 Vergleichsbeispiele V1 und V2, dass das erfindungsgemäße Material, wenn es innerhalb von 24 h nach seiner Herstellung in ein Gebinde für die finale Anwendung, z.B. eine Kartusche, abgefüllt wird, zum Zeitpunkt der Abfüllung sowohl bei hoher als auch bei niedriger Scherung eine deutlich niedrigere
- 15 Viskosität aufweist, als zum Zeitpunkt seiner Anwendung, die erst nach der erfindungsgemäßen Lagerdauer erfolgt.

#### Beispiel 4: Herstellung einer niedermoduligen

##### Dichtstoffformulierung

- 20 100 g eines beidseitig silanterminierten Polypropylenglycols mit einer mittleren Molmasse ( $M_n$ ) von 18000 g/mol und Endgruppen der Formel  $-O-C(=O)-NH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$  (käuflich

erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® STP-E35 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) werden in einem Laborplanetenmischer der Fa. PC-Laborsystem, ausgestattet mit einem Balkenmischer und einem Dissolver, bei ca. 25°C mit 223 g Cyclohexan-1,2-dicarbonsäurediisononylester (käufl  
5 g Cyclohexan-1,2-dicarbonsäurediisononylester (käufl  
erhältlich unter der Bezeichnung „Hexamoll DINCH“ bei der Fa. BASF SE; D-Ludwigshafen) als Weichmacher, 261 g eines mit Stearinsäure beschichteten Calciumcarbonats mit einem mittleren Teilchendurchmesser (D50%) von ca. 2,0 µm (käufl  
10 unter der Bezeichnung Omyabond 520 bei der Omya, D-Köln), 261 g eines ultrafeinen, mit fettsäure-beschichteten Calciumcarbonats mit einer Primärpartikelgröße von ca. 30 nm (käufl  
erhältlich unter der Bezeichnung Viscoexel® 30 bei der Shiraishi Omya GmbH, A-Gummern) und 30 g eines mikronisierten  
15 Polyamidwachses mit einem Schmelzpunkt von 117-127 °C (käufl  
erhältlich unter der Bezeichnung Crayvallac® SLX von der Arkema, Frankreich) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 200 U/min homogenisiert. Danach wird für 15 min mit 600 U/min mit dem Balkenmischer und 1000 U/min mit dem Dissolver gerührt.  
20 Durch die eingetragene Rührenergie erwärmt sich der Ansatz auf ca. 41 °C. Anschließend wird wieder auf 25 °C abgekühlt.

Danach werden 100 g eines einseitig silanterminierten Polypropylenglycols mit einer mittleren Molmasse ( $M_n$ ) von 5000 g/mol und Endgruppen der Formel  $-O-C(=O)-NH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$   
25 (käufl  
erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® XM 25 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) 5 g einer Stabilisatormischung enthaltend einen Hindered Amine Light Stabilizer (HALS) und einen UV-Absorber (käufl  
30 unter dem Namen GENIOSIL® Stabilisator F bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München), 15 g Vinyltrimethoxysilan (käufl  
erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® XL 10 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) und 2 g eines Dioctylzinn-Silan-

Komplexes (CAS-Nr.: 870-08-6, käuflich erhältlich unter dem Naben TIB Kat 417 bei der Fa. TIB Chemicals AG, D-Mannheim) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 600 U/min und 1000 U/min mit dem Dissolver eingerührt. Dabei kommt es zu keiner  
5 nennenswerten Erwärmung der Mischung. Schließlich werden noch 3 g *N*-(2-Aminoethyl)-3-Aminopropyl-trimethoxysilan (käuflich erhältlich unter der Bezeichnung GENIOSIL® GF 9 bei der Fa. Wacker Chemie AG, D-München) für 2 Minuten mit dem Balkenmischer bei 600 U/min und 1000 U/min mit dem Dissolver  
10 eingerührt. Auch dabei kommt es zu keiner nennenswerten Erwärmung der Mischung.

Zuletzt wird für 1 Minuten bei 600 U/min mit dem Balkenmischer und für 1 Minute bei 200 U/min mit dem Balkenmischer beim Druck  
15 von ca. 100 mbar homogenisiert und blasenfrei gerührt.

Die so erhaltene Masse wird in 310 ml PE-Kartuschen abgefüllt, luftdicht verschlossen und 3 Wochen bei 23°C vor der  
20 Untersuchung gelagert.

#### **Vergleichsbeispiel 6 (V6)**

Es wird so vorgegangen wie bei Beispiel 3 beschrieben, nur dass die Mischung bei dem ersten Mischschritt nach der Polyamidzugabe (Crayvallac® SLX) mittels einer externen Heizung auf 80°C  
25 erwärmt und die Temperatur für 15 min gehalten wird. Alle weiteren Arbeitsschritte sind identisch, und auch in diesem Fall wird die fertige Kartusche für 3 Wochen bei 23°C gelagert.

#### **Beispiel 5: Bestimmung der Eigenschaften der Proben aus dem 30 Beispiel 4**

Hautbildungszeit, mechanische und rheologische Eigenschaften werden bestimmt wie in Beispiel 3 beschrieben. Die Ergebnisse befinden sich in Tabelle 2.

Tabelle 2

Masse aus Beispiel	4	V6
HBZ [min]	36	31
Shore-A-Härte	24	19
Reißfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	0,9	0,9
Reißdehnung [%]	622	669
100%-Modul [MPa]	0,3	0,4
Betrag Viskosität bei 0,1% Deformation [Pas]	5940	5970
Betrag Viskosität bei 100% Deformation [Pas]	78	80

Erneut zeigt sich, dass die erfindungsgemäße Masse aus Beispiel 3 auch ohne eine thermische Behandlung während der erfindungsgemäß langen Lagerung thixotrope Eigenschaften entwickelt, die den Eigenschaften thermisch behandelte Masse in Vergleichsbeispiel V6 in nichts nachsteht.

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Herstellung von vernetzbaren Massen (M) durch Vermischen von

5 (A) 100 Gewichtsteilen Verbindungen der Formel



wobei

10 Y einen x-wertigen, über Stickstoff, Sauerstoff, Schwefel oder Kohlenstoff gebundenen Polymerrest bedeutet, R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest darstellt,

15 R<sup>1</sup> gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest darstellt, der über Stickstoff, Phosphor, Sauerstoff, Schwefel oder Carbonylgruppe an das Kohlenstoffatom angebunden sein kann,

20 R<sup>2</sup> gleich oder verschieden sein kann und Wasserstoffatom oder einen einwertigen, gegebenenfalls substituierten Kohlenwasserstoffrest darstellt,

x eine ganze Zahl von 1 bis 10 ist,

a gleich oder verschieden sein kann und 0, 1 oder 2 ist und

25 b gleich oder verschieden sein kann und eine ganze Zahl von 1 bis 10 ist, und

(B) 0,1 bis 75 Gewichtsteilen mindestens eines

Thixotropiermittels ausgewählt aus Fettsäureamiden,

30 Polyamidwachsen, Polyamidwachsderivaten, hydriertem

Rizinusöl, hydrierten Rizinusölderivaten, Polyesteramiden,

Polyharnstoffen, oxidierten Polyethylenen und

Metallseifensowie gegebenenfalls weiteren Komponenten,

gegebenenfalls weitere nachfolgende Prozessschritte und einer anschließenden Lagerung der so erhaltenen Mischung (M),

5 dadurch gekennzeichnet, dass die Zeitspanne von Beginn des Mischschrittes von (A) und (B) bis Ende der Lagerung der vernetzbaren Masse (M) mindestens 7 Tage beträgt und in diesem Zeitraum alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.

10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 69°C durchgeführt werden.

15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Lagerung bei einer Temperatur von -20 bis 45°C durchgeführt wird.

20 4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei Komponente (B) um Polyamidwachse oder Polyamidwachsderivate handelt.

25 5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei Komponente (B) um Polyamidwachse handelt.

30 6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass alle Prozessschritte bei Temperaturen durchgeführt werden, die mindestens 30°C unterhalb des Schmelzpunktes der eingesetzten Komponente (B) liegen, wobei, falls mehrere Thixotropiermittel (B) eingesetzt werden, sich diese Angabe auf dasjenige Thixotropiermittel (B) mit dem höchsten Schmelzpunkt bezieht.



7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass

(A) 100 Gewichtsteile Verbindungen der Formel (I),

(B) 0,1-50 Gewichtsteile Thixotropiermittel,

5 (C) 0,1-25 Gewichtsteile Organosiliciumverbindungen enthaltend Einheiten der Formel (II),

gegebenenfalls (D) nicht reaktive Weichmacher,

gegebenenfalls (E) Füllstoffe,

gegebenenfalls (F) Siliconharze

10 gegebenenfalls (G) Katalysatoren,

gegebenenfalls (H) Haftvermittler,

gegebenenfalls (I) Wasserfänger,

gegebenenfalls (J) Additive und

gegebenenfalls (K) Zuschlagstoffe

15 miteinander vermischt werden und anschließend die so erhaltene Mischung für mindestens 7 Tage gelagert wird, wobei alle Prozessschritte bei Temperaturen unterhalb von 80°C durchgeführt werden.

20 8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Abfüllung zu einem Zeitpunkt erfolgt, bei dem die Masse (M) bei 25°C einen

Viskositätsbetrag gemessen gemäß DIN 54458 bei einer

Deformation von 100% aufweist, der mindestens um einen

25 Faktor 1,5 unterhalb des unter identischen Bedingungen

gemessenen Viskositätsbetrages liegt, den dieselbe Masse (M)

nach einer Lagerung von 21 Tagen bei 23°C nach ihrer

Herstellung erreicht hat.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Abfüllung zu einem Zeitpunkt erfolgt, bei dem die Masse (M) bei 25°C einen Viskositätsbetrag gemessen gemäß DIN 54458 bei einer Deformation von 0,1% aufweist, der mindestens um einen Faktor 2 unterhalb des unter identischen Bedingungen gemessenen Viskositätsbetrages liegt, den dieselbe Masse (M) nach einer Lagerung von 21 Tagen bei 23°C nach ihrer Herstellung erreicht hat.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

**PCT/EP2020/086176**

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> <i>C08L 101/10</i> (2006.01)i  According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>  Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09J; C08L  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2011054782 A1 (BASF SE [DE]; WAGNER JOCHEN [DE] ET AL.) 12 May 2011 (2011-05-12) application example 3; page 15	1-9
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search <b>27 August 2021</b>		Date of mailing of the international search report <b>07 September 2021</b>
Name and mailing address of the ISA/EP <b>European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands</b> Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer <b>Dalet, Pierre</b>  Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/EP2020/086176**

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2011054782	A1	12 May 2011	CN	102741373	A	17 October 2012
				EP	2496654	A1	12 September 2012
				ES	2464516	T3	03 June 2014
				JP	2013510200	A	21 March 2013
				KR	20120099247	A	07 September 2012
				US	2012225983	A1	06 September 2012
				WO	2011054782	A1	12 May 2011
-----							

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2020/086176

**A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
**INV. C08L101/10**  
**ADD.**

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole )  
**C09J C08L**

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)  
**EPO-Internal**

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 2011/054782 A1 (BASF SE [DE]; WAGNER JOCHEN [DE] ET AL.) 12. Mai 2011 (2011-05-12) Anwendungsbeispiel 3; Seite 15 <p style="text-align: center;">-----</p>	1-9

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen  Siehe Anhang Patentfamilie

<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p>	<p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>
--	---

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche  <b>27. August 2021</b>	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts  <b>07/09/2021</b>
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  <b>Dalet, Pierre</b>

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2020/086176

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2011054782 A1	12-05-2011	CN 102741373 A	17-10-2012
		EP 2496654 A1	12-09-2012
		ES 2464516 T3	03-06-2014
		JP 2013510200 A	21-03-2013
		KR 20120099247 A	07-09-2012
		US 2012225983 A1	06-09-2012
		WO 2011054782 A1	12-05-2011
-----			