

18 SE



P.- 55.311

VI-Pat. Abt.
3002/73 m
Wa 7221

418849

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de WACKER-CHEMIE GMBH

Int. Cl.: C04B

entidad alemana

con domicilio en Prinzregentenstr. 22, 8 Munich 22,
República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA HIDROFUGAR SUPERFICIES DE MATE-
RIALES DE CONSTRUCCION"

(Clase Internacional C04b)



18 57 73

El invento concierne a mejoras en los procedimientos para hidrofugar superficies de materiales de construcción que tienen un valor de pH de al menos 8 por medio de aplicación de una solución acuosa de hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino sobre las superficies

5 que han de ser hidrofugadas. Las mejoras se logran mediante la utilización aislada o conjunta de determinados hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino.

Entre los procedimientos para hidrofugar materiales de construcción hay que diferenciar entre

10 aquellos en los que el agente hidrofobizante se añade a los materiales de construcción antes de su configuración, y aquellos en los cuales el agente hidrofobizante es aplicado sobre las superficies de objetos de material de construcción, tales como cuerpos moldeados o revestimientos,

15 después de la configuración de los mismos y de un endurecimiento que al menos se ha desarrollado ampliamente. El invento concierne a procedimientos del tipo citado en último lugar.

Desde hace decenas de años ya es sabido hacer hidrófugas a superficies de materiales de construcción por aplicación de una solución acuosa de hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino sobre las superficies

20 de los materiales de construcción (véase por ejemplo la memoria de patente de los Estados Unidos 2.507.200). No

25

18 52



obstante se ha mostrado que con los metil-siliconatos de metal alcalino, que hasta ahora han sido los únicos utilizados (véase W.Noll "Chemie und Technologie der Silic_one", 2ª edición, Weinheim 1968, página 524), en el caso de superficies a hidrofugar que tienen un valor de pH de al menos 8, es decir tienen por ejemplo cal libre, no se logra ningún efecto satisfactorio, ni siquiera cuando el ácido carbónico del aire ya poco antes de la aplicación de la solución de hidrocarburos-siliconato de metal alcalino tenga acceso franco sin obstáculos a las superficies que han de ser hidrofugadas. En efecto, también desde hace largo tiempo es sabido transformar cal libre antes de la siliconización, al menos parcialmente, en una forma combinada (véase por ejemplo la DAS 1.003.116). No obstante esta medida lleva aparejado un gasto indeseablemente elevado.

Hasta el momento no se conocía ninguna diferencia entre las actividades de diferentes radicales hidrocarbonados en los hidrocarburo--siliconatos de metal alcalino. Esta debía ser asimismo por lo menos una de las razones por las que, en lo que sabe la solicitante, hasta ahora en la práctica se empleasen exclusivamente metil-siliconatos de metal alcalino en calidad de órgano-siliconatos de metal alcalino. Ahora, no obstante, se ha encontrado con sorpresa que con propil-silico-



5 natos de metal alcalino se logran grandes y manifiestas mejoras, no sólo en comparación con metil-siliconatos de metal alcalino y vinil-siliconatos de metal alcalino al efectuar la hidrofugación de superficies de materiales de construcción que tienen un valor de pH de al menos 8. Por medio de estas mejoras se resuelve la misión, existente desde hace largo tiempo, de lograr por medio de hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino una hidrofugación excelente y de iniciación rápida también de superficies de objetos de materiales de construcción que tengan un valor de pH de al menos 8, es decir tengan por ejemplo cal libre, por lo tanto en superficies de objetos no secados todavía totalmente a base de sustancias inorgánicas con un contenido de compuestos básicos de calcio; siendo estable esta hidrofugación también frente a una solicitud por agua relativamente intensa de la superficie hidrofugada, siendo por lo tanto estable frente a las condiciones climáticas la hidrofugación producida de acuerdo con el invento, incluso cuando el ácido carbónico del aire no tenga ya poco antes de la aplicación de la solución de hidrocarburo-siliconato de metal alcalino un acceso franco a las superficies que han de ser hidrofugadas, tal como ocurre con bloques apilados de arena caliza. Estas mejoras se logran sin que sea necesario un tratamiento previo intenso y por consiguien-



te costoso de las superficies a hidrofugar y sin que sea necesaria una etapa de secado además de las etapas que son precisas para el hidrocarburo-siliconato de metal al calino, tal como por ejemplo en la transformación anteriormente conocida y que se desarrolla al menos parcialmente, de cal libre en una forma combinada antes de la siliconización.

Objeto del invento es un procedimiento para hidrofugar superficies de materiales de construcción que tienen un valor de pH de al menos 8, especialmente dispuestas en posición vertical o formando un ángulo de al menos 50° con respecto a la horizontal, por medio de aplicación de una solución acuosa de hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino sobre las superficies a hidrofugar de materiales de construcción al menos ampliamente endurecidos a base de sustancias inorgánicas con un contenido de compuestos básicos de calcio, caracterizado porque los hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino utilizados consisten al menos en un 10% en peso en propil-siliconatos de metal alcalino.

Los materiales de construcción al menos ampliamente endurecidos a base de sustancias inorgánicas con un contenido de compuestos básicos de calcio pueden ser materiales de construcción configurados, que habían sido producidos utilizando especialmente cal o ce-



mento Portland en calidad de aglutinante. Los materiales de construcción pueden encontrarse ya en el lugar de utilización definitivo, tal como pinturas a la cal, enlucidos, es decir revestimientos de muros y paredes a base de arena y sustancias de fraguado hidráulico, tales como cal o cemento Portland, estucados a base de cemento Portland y fachadas a base de hormigón o bloques de arena caliza. Los materiales de construcción, no obstante, pueden también ser cuerpos moldeados que ya antes de su utilización definitiva han sido tratados según el procedimiento de acuerdo con el invento, tales como bloques de arena caliza antes del levantamiento de las paredes, o tubos de hormigón antes de su colocación.

La expresión "al menos ampliamente endurecida", utilizada aquí y en las reivindicaciones, significa que los materiales de construcción están endurecidos al menos en un grado tal que conservan su forma incluso sin soporte con medios auxiliares tales como encofrados o moldes de colada. Un endurecimiento total o secado completo de los materiales de construcción antes de la utilización del procedimiento de acuerdo con el invento está excluido, no obstante, por la exigencia de que las superficies a hidrofugar deben tener un valor de pH de al menos 8.

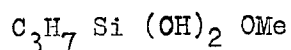
El metal alcalino en los hidrocarburo-sili-



conatos de metal alcalino utilizados dentro del marco del invento puede ser litio, sodio, potasio, rubidio, o cesio. A causa de la más fácil accesibilidad se prefieren sodio y potasio. Dado que lleva aparejada una menor
5 tendencia a desarrollar eflorescencias se prefiere especialmente el potasio.

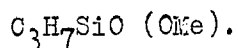
Los propil-siliconatos de metal alcalino son compuestos conocidos, especialmente compuestos monómeros de la fórmula

10



y/o compuestos polímeros a base de unidades de la fórmula

15



El radical propilo puede ser el radical n-propilo y/o el radical isopropilo. A causa de la más fácil accesibilidad
20 el radical propilo es preferiblemente el radical n-propilo.

Los otros hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino utilizados conjuntamente de modo eventual al mismo tiempo que los propil-siliconatos de metal alcali-
25 no son preferiblemente los que tienen 1 a 3 átomos de



carbono en el radical hidrocarburo tales como metil-,
etil-, vinyl- y alcohol-siliconatos de metal alcalino.
Entre estos otros hidrocarburo-siliconatos de metal al-
calino se prefieren especialmente los metil-siliconatos
5 por razón de su más fácil accesibilidad. Preferiblemente
la proporción de los propil-siliconatos de metal alcali-
no es al menos de 50% en peso de la cantidad total de
hidrocarburo-siliconatos de metal alcalino.

La preparación de los hidrocarburo-silico-
10 natos de metal alcalino utilizados de acuerdo con el in-
vento se efectúa convenientemente disolviendo en solucio-
nes acuosas de hidróxidos de metal alcalino productos
hidrolizados preparados de manera de por sí conocida de
propiltriclorosilano, o de mezclas de propiltriclorosi-
15 lano y otros hidrocarburo-triclorosilanos.

En las soluciones acuosas de hidrocarburo-
-siliconatos de metal alcalino utilizadas dentro del mar-
co del invento, hasta 50% en peso del agua puede estar
reemplazada por disolventes orgánicos inertes miscibles
20 con agua, tal como por ejemplo alcoholes, tales como me-
tanol, etanol, n-propanol, isopropanol y/o etilenglicol,
y/o cetonas, tales como acetona y/o metiletilcetona. Es-
tos disolventes pueden contribuir a la estabilidad de las
soluciones, pero en general no son necesarios.

25 Las soluciones utilizadas de acuerdo con el

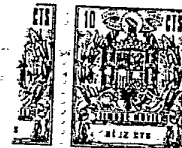


invento no contienen ninguna o prácticamente ninguna sustancia no disuelta, tal como pigmentos, ya que en caso contrario no se presentaría ningún tipo de soluciones sino dispersiones. Preferiblemente en las soluciones utilizadas de acuerdo con el invento, en calidad de compuestos de silicio están contenidos en estado disuelto exclusivamente propil-siliconatos de metal alcalino, eventualmente junto con alcohol-siliconatos de metal alcalino con 1 a 2 átomos de carbono por cada radical alcoholo.

El contenido de las soluciones acuosas en hidrocarburo-siliconato de metal alcalino, calculado como $R\text{SiO}_{3/2}$, en donde R es el radical hidrocarburo, es preferiblemente de 0,02 a 10,0% en peso, especialmente 0,5 a 5,0% en peso, siempre referido al peso total de las soluciones acuosas.

La aplicación de las soluciones utilizadas dentro del marco del invento sobre las superficies a hidrofugar puede efectuarse de cualquier modo conocido para la aplicación de soluciones sobre superficies, por ejemplo aplicación con brocha, rociado o inmersión.

Si las superficies hidrofugadas de acuerdo con el invento son provistas con otros recubrimientos, estos otros recubrimientos son preferiblemente los constituidos a base de pinturas en dispersión o enlucidos



que tienen en estado húmedo un valor de pH de al menos 8, ya que con dichos recubrimientos se logran las máximas ventajas después de haber hecho uso del procedimiento de acuerdo con el invento.

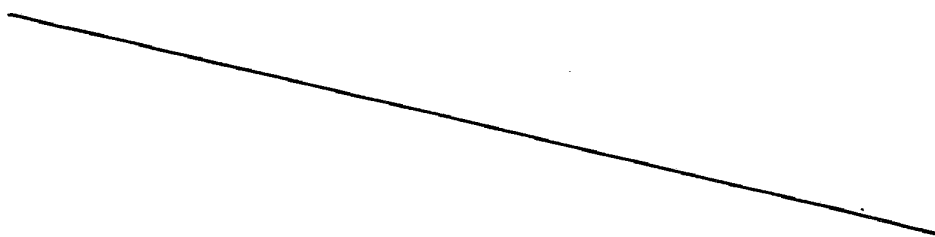
5 En los siguientes Ejemplos todos los datos de porcentajes se refieren al peso, siempre que no se indique otra cosa.

Ejemplo 1

10

Sobre placas en forma de disco a base de hormigón de composición usual (véase Deutsche Industrie Norm / DIN 1164) con un diámetro de 8 cm y un espesor de 2 cm se aplican 5 horas después de su producción (probetas a) o 24 horas después de su producción (probetas b) o 6 semanas después de su producción (probetas c), por medio de una inmersión en cada caso durante 60 segundos, las siguientes soluciones acuosas de alcohilsiliconato de metal alcalino:

20



25

3-9-73



	Alcohol-siliconato de metal alcalino	Concentración del siliconato calculada como $RSiO_{3/2}$
		%
5	(A) n-propil-siliconato de potasio	5,0
	(B) idem	3,3
10	(C) metil-siliconato de potasio/n-propil-siliconato de potasio	
	proporción ponderal de $CH_3SiO_{3/2}$:	
	$C_3H_7SiO_{3/2} = 1 : 3$	5,0
	V_1 etil-siliconato de potasio	5,0
15	V_2 metil-siliconato de potasio	5,0

V_1 y V_2 se encuentran fuera del invento y sirven sólo para fines comparativos.

20 Después de la inmersión las probetas son secadas dejándolas reposar durante 8 días en aire a la temperatura ambiente, luego son pesadas y después colocadas en agua durante 1 o bien 2 o bien 4 o bien 6 horas, y se calculan los diferentes valores de absorción de

25 agua por determinación del aumento de peso de las probe-

18 SET. 1973



tas durante el almacenamiento en agua (grupo de mediciones I). Las mismas probetas son secadas de nuevo después de este primer almacenamiento en agua dejándolas reposar durante 8 días en aire a la temperatura ambiente. Luego son colocadas nuevamente en agua durante 1, 2, 4 ó 6 horas y se calculan nuevamente los diferentes valores de la absorción de agua por determinación del aumento de peso de las probetas durante este segundo almacenamiento en agua (grupo de mediciones II). Los resultados están indicados en la Tabla I:

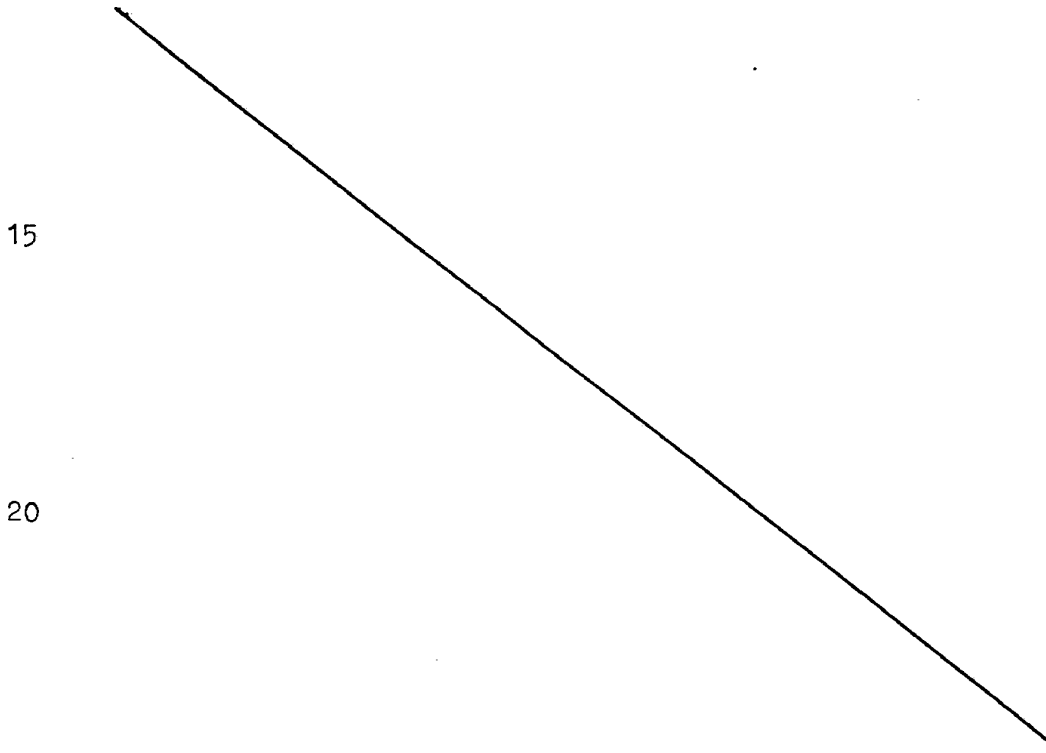




Tabla I

Solución de alcohol-si- liconato de metal alcali- lino	Absorción de agua %																			
	Grupo de mediciones I			Grupo de mediciones II			Grupo de mediciones III													
	1 hora	2 horas	4 horas	1 hora	2 horas	4 horas	1 hora	2 horas	4 horas	6 horas										
5																				
(A)	a	1,1	1,7	2,1	2,4	0,4	0,7	1,1	1,5											
	b	0,5	0,7	1,1	1,6	0,6	0,9	1,7	2,1											
	c	0,4	0,5	0,7	0,8	0,4	0,5	0,9	1,4											
10	(B)	a	0,6	1,2	1,8	2,3	1,0	1,4	2,4	3,0										
	b	0,6	1,1	1,8	2,5	0,9	1,4	2,7	3,4											
	c	0,4	0,5	0,7	0,9	0,4	0,4	0,5	1,1											
	(C)	a	0,5	0,9	1,6	2,1	0,6	0,7	1,9	2,1										
	b	0,5	0,7	1,1	1,6	0,5	0,8	1,4	1,9											
	c	0,4	0,5	0,7	1,0	0,3	0,4	0,6	1,0											
15	V ₁	a	1,1	3,4	4,2	5,9	4,7	5,8	6,1	6,2										
	b	1,1	3,0	-	-	-	-	-	-	-										
	c	0,8	1,4	2,2	2,5	4,5	5,8	6,0	6,1											
	V ₂	a	2,3	3,7	6,1	6,4	6,1	6,2	6,3	6,5										
	b	2,9	4,3	5,6	6,1	5,5	5,5	5,5	5,6	6,2										
	c	0,4	0,7	1,4	2,1	4,5	5,1	5,5	5,6	6,2										
20	no tratado	a	5,5	5,5	5,8	6,7	4,5	4,9	5,7	6,0										

Tabla I

Solución de alcohol-si- liconato de metal alcali- lino		Absorción de agua %						
		Grupo de mediciones I				Grupo de m		
		1 hora	2 horas	4 horas	6 horas	1 hora	2 horas	4
5	(A)	a	1,1	1,7	2,1	2,4	0,4	0,7
		b	0,5	0,7	1,1	1,6	0,6	0,9
		c	0,4	0,5	0,7	0,8	0,4	0,5
10	(B)	a	0,6	1,2	1,8	2,3	1,0	1,4
		b	0,6	1,1	1,8	2,5	0,9	1,4
		c	0,4	0,5	0,7	0,9	0,4	0,4
	(C)	a	0,5	0,9	1,6	2,1	0,6	0,7
		b	0,5	0,7	1,1	1,6	0,5	0,8
		c	0,4	0,5	0,7	1,0	0,3	0,4
15	V ₁	a	1,1	3,4	4,2	5,9	4,7	5,8
		b	1,1	3,0	-	-	-	-
		c	0,8	1,4	2,2	2,5	4,5	5,8
20	V ₂	a	2,3	3,7	6,1	6,4	6,1	6,2
		b	2,9	4,3	5,6	6,1	5,5	5,5
	c	0,4	0,7	1,4	2,1	4,5	5,1	
	no tratado		5,5	5,5	5,8	6,7	4,5	4,9

25

3-9-73



Tabla I

Absorción de agua %

Mediciones I		Grupo de mediciones II			
1 hora	6 horas	1 hora	2 horas	4 horas	6 horas
,1	2,4	0,4	0,7	1,1	1,5
,1	1,6	0,6	0,9	1,7	2,1
,7	0,8	0,4	0,5	0,9	1,4
,8	2,3	1,0	1,4	2,4	3,0
,8	2,5	0,9	1,4	2,7	3,4
,7	0,9	0,4	0,4	0,5	1,1
,6	2,1	0,6	0,7	1,9	2,1
,1	1,6	0,5	0,8	1,4	1,9
,7	1,0	0,3	0,4	0,6	1,0
,2	5,9	4,7	5,8	6,1	6,2
-	-	-	-	-	-
2,2	2,5	4,5	5,8	6,0	6,1
5,1	6,4	6,1	6,2	6,3	6,5
5,6	6,1	5,5	5,5	5,6	6,2
1,4	2,1	4,5	5,1	5,5	5,6
5,8	6,7	4,5	4,9	5,7	6,0



Los resultados demuestran que el efecto hidrofugante de los etilsiliconatos de metal alcalino y metil-siliconatos de metal alcalino sobre hormigón reciente (probetas a y b) es relativamente pequeño o disminuye muy rápidamente en el transcurso del almacenamiento en agua, que es sólo moderado también en hormigón de 6 semanas de antigüedad (probeta c), y que este efecto desaparece totalmente con sollicitaciones repetidas con agua (grupo de mediciones II). Los resultados demuestran por otro lado que el efecto hidrofugante del propil-siliconato de metal alcalino y de mezclas de propil-siliconato de metal alcalino y otro alcohol-siliconato de metal alcalino no es perjudicado, o no lo es prácticamente, por condiciones ambientales básicas ni tampoco por sollicitación repetida con agua.

Ejemplo 2

Sobre placas en forma de disco a base de hormigón del tipo descrito en el Ejemplo 1 se aplica 24 horas después de su producción, en cada caso por inmersión durante 60 segundos, una solución acuosa que contiene n-propil-siliconato de potasio en una cantidad de 4%, calculado como $C_3H_7SiO_{3/2}$, o a título comparativo una solución acuosa que contiene metil-siliconato de potasio



en una cantidad de 4%, calculado como $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$. Las probetas son envasadas a continuación inmediatamente en láminas de polietileno, con el fin de impedir la penetración de ácido carbónico procedente del aire en las probetas, y se almacenan durante una semana en este envase. Luego las probetas son retiradas del envase y secadas por mantenimiento durante una semana en aire a la temperatura ambiente. Finalmente, del modo que se describe en el Ejemplo 1, se determina la absorción de agua de las probetas en dos grupos de mediciones.

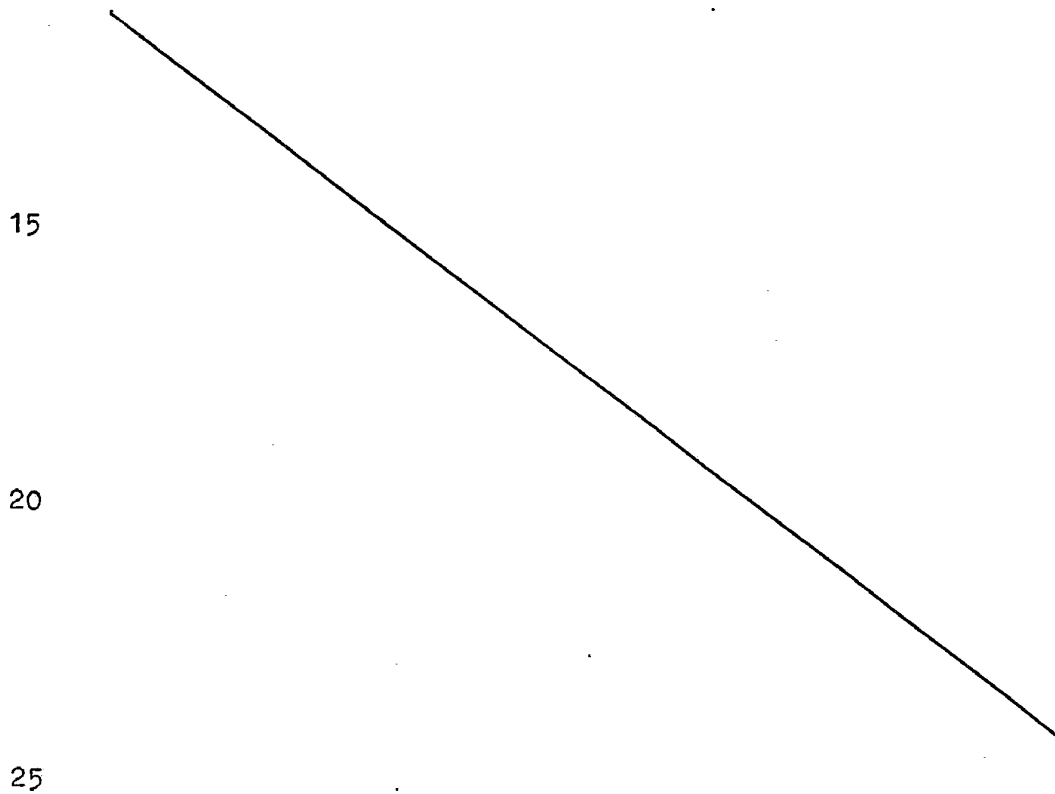




Tabla II

Absorción de agua %

	1 hora	2 horas	4 horas	6 horas	1 hora	2 horas	4 horas	6 horas
5 propil-silico-nato de potasio metil-silicona-	0,3	0,4	0,6	0,9	0,5	0,7	0,9	1,1
to de potasio	2,5	3,0	3,5	3,8	3,5	3,8	4,0	4,1
no tratado	2,5	3,0	3,5	3,7	3,5	3,7	4,0	4,1

10

15

20

25

3-9-73

Tabla II

Absorción de agua %

		<u>1 hora</u>	<u>2 horas</u>	<u>4 horas</u>	<u>6 horas</u>	<u>1 hora</u>	<u>2 horas</u>
5	propil-silico-						
	nato de potasio	0,3	0,4	0,6	0,9	0,5	0,7
	metil-silicona-						
	to de potasio	2,5	3,0	3,5	3,8	3,5	3,8
	no tratado	2,5	3,0	3,5	3,7	3,5	3,7

10

15

20

25



Tabla II

Absorción de agua %

horas	6 horas	1 hora	2 horas	4 horas	6 horas
0,6	0,9	0,5	0,7	0,9	1,1
3,5	3,8	3,5	3,8	4,0	4,1
3,5	3,7	3,5	3,7	4,0	4,1



Los resultados demuestran que cuando el ácido carbónico del aire no tiene acceso franco a las probetas ya poco después de la aplicación de la solución de alcohol-siliconato de metal alcalino, el metil-siliconato de metal alcalino no tiene ningún efecto hidrofugante, contrariamente al que tiene el propil-siliconato de metal alcalino.

Ejemplo 3

En cada caso sobre dos probetas de hormigón expandido con las dimensiones de 20 cm x 10 cm x 10 cm, inmediatamente después de su retirada desde el autoclave de endurecimiento se aplica sobre una de las superficies de 10 cm x 20 cm, por inmersión durante 30 segundos, una solución acuosa que contiene n-propil-siliconato de potasio en una cantidad de 2%, calculado como $C_3H_7SiO_3/2$, o a título comparativo una solución acuosa que contiene metil-siliconato de potasio en una cantidad de 2%, calculado como $CH_3SiO_3/2$. Otras superficies son sumergidas, también a título comparativo, a continuación durante 30 segundos en agua destilada. Las probetas son luego apiladas con las superficies que han sido tratadas con alcohol-siliconato de metal alcalino dispuestas unas sobre otras. Las juntas de contacto son hermetizadas

18 SEP



con masilla.

Todas las probetas son almacenadas durante 5 días en una habitación seca. Luego se separan las superficies colocadas una sobre otras, se pesan las probetas y en cada caso las superficies tratadas con alcohol-siliconato de metal alcalino son colocadas sobre un material espumado totalmente empapado con agua, y se determina la absorción de agua después de los períodos de tiempo indicados en la Tabla III. Los resultados corresponden a los del Ejemplo 2, tal como lo demuestra la Tabla III.

Tabla III

	Absorción de agua kg de H ₂ O/m ²		
	3 horas	8 horas	24 horas
propil-siliconato			
de potasio	0,35	0,85	2,95
metil-siliconato			
de potasio	4,31	6,56	10,99
agua	5,34	7,32	11,51

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 19 de Septiembre de 1.972, bajo el N° P 22 45 927.4, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto



sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Procedimiento para hidrofugar superficies de materiales de construcción que tienen un valor de pH de al menos 8, especialmente colocadas de modo vertical o formando con respecto a la horizontal un ángulo de al menos 50º, por aplicación de una solución acuosa de hidrocarburo-siliconato de metal alcalino sobre las superficies a hidrofugar de materiales de construcción, endurecidos al menos ampliamente, a base de sustancias inorgánicas con un contenido de compuestos básicos de calcio, caracterizado porque los hidrocarburo-

25

3-9-73

- 19 -



ro-siliconatos de metal alcalino utilizados consisten,
al menos en 10% en peso, en propil-siliconatos de metal
alcalino.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación
5 1ª, caracterizado porque la solución acuosa contiene en
estado disuelto, en calidad de compuestos de silicio,
propil-siliconatos de metal alcalino, eventualmente jun-
to con alcohol-siliconatos de metal alcalino con 1 a 2
átomos de carbono en cada radical alcoholo.

10 3ª.- Procedimiento para hidrofugar super-
ficies de materiales de construcción.

Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede y con los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de veinte hojas escri-
tas a máquina por una sola cara.

Madrid, 10 SEP 1973

P.A.

Alberto de Elizaburu
Per Poder *Arta*

20

25

RMM
3-9-73

