

OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 167 628**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>: C04B 41/49

// C04B 111:27

⑫

TRADUCCION DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **97102294.2**

⑧⑥ Fecha de presentación: **13.02.1997**

⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0 791 566**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **27.08.1997**

⑤④ Título: **Revestimientos autoimprimantes de materiales de construcción.**

③⑩ Prioridad: **15.02.1996 DE 196 05 674**

④⑤ Fecha de la publicación de la mención BOPI:  
**16.05.2002**

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de patente:  
**16.05.2002**

⑦③ Titular/es: **Wacker-Chemie GmbH  
Hanns-Seidel-Platz 4  
81737 München, DE**

⑦② Inventor/es: **Mayer, Hans;  
Hausberger, Albert y  
Koenig-Lumer, Ingeborg**

⑦④ Agente: **Aragonés Forner, Rafael Angel**

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

## DESCRIPCION

Revestimientos autoimprimantes de materiales de construcción.

5 La invención se refiere a un proceso para el revestimiento e impregnación repelente al agua de un material de construcción mineral, en el cual un agente de revestimiento de materiales de construcción, que contiene alquilalcoxisilano como agente impregnante, se aplica sobre el material de construcción, y a un agente de revestimiento de materiales de construcción, que contiene alquilalcoxisilano y opcionalmente un organosiloxano que contiene grupos alcoxi como agente impregnante.

10 Los materiales de construcción minerales se protegen contra la influencia de la intemperie habitualmente de manera preferible por una impregnación repelente al agua y un revestimiento aplicado sobre ella. A partir de una impregnación repelente al agua se crea una imprimación repelente al agua tan pronto como se aplica el primer revestimiento.

15 La imprimación se aplica directamente sobre el sustrato mineral. Aquélla hace el sustrato repelente al agua hasta cierta profundidad por formación de una zona hidrófoba y proporciona una unión duraderamente mejorada entre el sustrato hidrofobizado uniformemente y el revestimiento del material de construcción. Organosilanos, organosiloxanos oligómeros o resinas de silicona son los agentes activos óptimos para imprimaciones repelentes al agua.

20 Se emplean agentes de imprimación que contienen disolvente y agentes de imprimación acuosos. Los agentes de imprimación con disolvente contienen en la mayoría de los casos, además de organosilanos, organosiloxanos oligómeros o resinas de silicona, resinas sintéticas, tales como estireno-acrilatos y acrilatos puros, que sirven para reforzamiento del sustrato.

25 La ventaja de los agentes de imprimación acuosos radica en que los mismos no contienen proporción alguna o no contienen proporciones dignas de mención de disolventes orgánicos. Aquéllos pueden emplearse sobre todo en los casos en que el sustrato está todavía intacto en cierto grado. En estos casos se emplean las soluciones de siliconato de potasio acuosas con alto contenido de álcalis, microemulsiones o emulsiones de organosilanos, organosiloxanos oligómeros o resinas de silicona. En cualquier caso, la imprimación hidrofobizante conduce a un comportamiento nivelador del poder absorbente del sustrato y por consiguiente a una adhesión mejorada del revestimiento del material de construcción, así como a un efecto repelente del agua que penetra en la profundidad del sustrato. Por ejemplo, en el documento EP-A-234 024 se describe la impregnación repelente al agua de materiales de construcción con una emulsión de alquilalcoxisilanos. El documento US-A-4.757.106 describe la hidrofobización de materiales de construcción con microemulsiones a base de organopolisiloxanos que contienen grupos alcoxi y sales de aceites de aminosilicona.

40 En el documento US 4 648 904 A se describen emulsiones de alquilalcoxisilanos que no contienen pigmento o material de carga alguno. Las emulsiones penetran en la mampostería e impregnan ésta.

En el documento US 5 316 799 A se prepara una mezcla a base de colorante y silano/siloxano como agente impregnante.

45 En el documento EP 606 671 A se describen emulsiones que contienen resina de organopolisiloxano, material de carga y alcoxisilano, que se aplican sobre materiales de construcción minerales. Los materiales de carga tienen una superficie específica de  $40 \text{ m}^2/\text{g}$  como mínimo y se añaden en pequeñas cantidades.

50 En el documento EP 761 675 A no publicado con anterioridad se describen productos de cohidrólisis de diversos silanos y su empleo como agente impregnante e imprimación.

En el documento EP 776 873 A no publicado con anterioridad se describen emulsiones de silanos y su empleo como agentes impregnantes repelente al agua de materiales de construcción inorgánicos porosos.

55 Sobre la imprimación repelente al agua se aplican los revestimientos de recubrimiento de materiales de construcción en una o varias capas. Ejemplos de tales revestimientos de materiales de construcción son pinturas y revoques. Es particularmente importante el pretratamiento del sustrato con la imprimación repelente al agua tan pronto como el revestimiento del material de construcción contiene emulsionantes u otros agentes humectantes.

60

La presente invención tiene por objeto proporcionar agentes de revestimiento de materiales de construcción que impregnan simultáneamente el material de construcción mineral haciéndolo repelente al

## ES 2 167 628 T3

agua, con el resultado de que puede prescindirse de la aplicación previa de una imprimación.

La invención se refiere a un proceso para el revestimiento e impregnación repelente al agua de un material de construcción mineral, en el cual un agente de revestimiento de materiales de construcción, que  
5 contiene 1 a 30 % en peso de alquil C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alcoxisilano C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> como agente impregnante, se aplica sobre el material de construcción, caracterizado porque el agente de revestimiento de materiales de construcción es una pintura.

En el caso de la aplicación del agente de revestimiento de materiales de construcción impregnante  
10 acuoso puede prescindirse de la operación de imprimación previa, en la medida en que por la imprimación la repelencia al agua debiera actuar hasta una determinada profundidad del sustrato. En el caso de la aplicación del agente de revestimiento de materiales de construcción impregnante acuoso, el agente impregnante penetra satisfactoriamente tanto en materiales de construcción compactos como en materiales porosos, y confiere al material de construcción propiedades repelentes al agua hasta una profundidad  
15 determinada.

Habitualmente, un sistema de revestimiento constituido por imprimación repelente al agua y revestimiento de acabado se aplica en dos o tres operaciones:

20 1<sup>a</sup> operación: aplicación de la imprimación repelente al agua

opcionalmente

25 2<sup>a</sup> operación: aplicación del revestimiento de acabado ligeramente diluido con agua (prerrevestimiento)

3<sup>a</sup> operación: aplicación del revestimiento de acabado sin diluir (revestimiento final).

En la presente invención, en el caso de que se emplee un revestimiento previo, el agente impregnante se añade al agente de revestimiento de materiales de construcción que sirve como prerrevestimiento.  
30 Evidentemente, el prerrevestimiento tratado con agente impregnante puede emplearse también como revestimiento de acabado.

Los revestimientos de materiales de construcción más importantes son pinturas y revoques. Los agentes de revestimiento de materiales de construcción apropiados para la finalidad de la invención se  
35 proporcionan o bien secos, pero aplicados en forma de una formulación acuosa, tales como pinturas en polvo y revoques secos pulverulentos, o bien se trata de pinturas húmedas, tales como pinturas acuosas en pasta, por ejemplo pinturas de resina de silicona, pinturas de silicato y pinturas de dispersión, o tales como revoques acuosos en pasta, por ejemplo revoques de resina sintética y revoques de resina de silicona.

40 Los agentes de revestimiento de materiales de construcción impregnantes apropiados para la finalidad de la invención se aplican en capa fina, tales como pinturas de recubrimiento en el campo de 100  $\mu$  hasta 1 milímetro.

Los agentes de revestimiento de materiales de construcción impregnantes apropiados para la finali-  
45 dad de la invención pueden emplearse en edificios tanto en interiores como al exterior, preferiblemente al exterior. Ejemplos preferidos son pinturas de dispersión, pinturas de resina de silicona, pinturas de silicona para fachadas, pinturas de dispersión de silicato, pinturas de silicato, pinturas a la cal, pinturas de dispersión a la cal, revoques de silicato, revoques secos, pinturas de interiores, pinturas tapaporos, composiciones de refuerzo, composiciones de emplastecido, pinturas para fachadas, revoques de resina  
50 sintética, pinturas minerales, revoques minerales, revoques de resina de silicona y revestimientos ligados con resina sintética.

Preferiblemente, los alquil C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alcoxisilanos C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> poseen 1 ó 2 radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mono-  
55 valentes, iguales o diferentes, opcionalmente sustituidos con halógeno, y unidos a través de SiC, y los radicales restantes son radicales alcoxi C<sub>2</sub> o C<sub>3</sub> iguales o diferentes. Son particularmente preferidos los octiltrialcoxisilanos, tales como octiltrialcoxisilano y butiltrialcoxisilano.

Ejemplos de radicales alcoxi C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> son los radicales etoxi, n-propoxi e isopropoxi. Son particularmente preferidos los radicales etoxi.

60 Los metoxisilanos se hidrolizan en muchas aplicaciones de modo excesivamente rápido y exhiben una estabilidad al almacenamiento menor que los radicales alcoxi más largos. Los radicales alcoxi C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>

## ES 2 167 628 T3

reaccionan con demasiada lentitud para muchas aplicaciones.

Ejemplos de los radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, son los radicales metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, neopentilo y terc-pentilo; radicales hexilo, tales como el radical n-hexilo; radicales heptilo, tales como el radical n-heptilo; radicales octilo, tales como el radical n-octilo y radicales isooctilo, tales como el radical 2,2,4 -trimetilpentilo; radicales nonilo, tales como el radical n-nonilo; radicales decilo, tales como el radical n-decilo y radicales dodecilo, tales como el radical n-dodecilo; radicales cicloalquilo, tales como radicales ciclopentilo, ciclohexilo, 4-etilciclohexilo, radicales cicloheptilo, radicales norbornilo y radicales metilciclohexilo.

Ejemplos de radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos con halógeno son radicales alquilo sustituidos con átomos de flúor, cloro, bromo y yodo, tales como el radical 3,3,3 -trifluoro-N-propilo, el radical 2,2,2,2',2',2' -hexafluoroisopropilo y el radical heptafluoroisopropilo.

Son particularmente preferidos los radicales alquilo C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub> no sustituidos.

El agente impregnante, que se añade al agente de revestimiento de materiales de construcción, puede contener, además de alquilalcoxisilanos, un organopolisiloxano (A) que contiene grupos alcoxi. El organopolisiloxano (A) puede contener adicionalmente grupos hidroxilo, que facilitan la unión con los materiales de construcción.

El organopolisiloxano (A) que contiene grupos alcoxi exhibe preferiblemente una viscosidad de 2000 mm<sup>2</sup>/s como máximo, a fin de conseguir una distribución particularmente satisfactoria sobre las superficies porosas de la mampostería.

Son particularmente apropiados los organopolisiloxanos (A) que contienen grupos alcoxi constituidos por unidades de la fórmula general (I)



en la cual significan

R radicales hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> monovalentes, iguales o diferentes, opcionalmente sustituidos con halógeno y unidos a través de SiC,

R<sup>1</sup> radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> monovalentes, iguales o diferentes,

x 0, 1, 2 ó 3, por término medio 0,8 a 1,8,

y 0, 1, 2 ó 3, por término medio 0,01 a 2,0 y

z 0, 1, 2 ó 3, por término medio 0, 0 a 0, 5, con la condición de que la suma de x, y y z es como máximo 3,5.

Preferiblemente, el organopolisiloxano (A) tiene una viscosidad de 10 mm<sup>2</sup>/s hasta 50000 mm<sup>2</sup>/s, particularmente 50 mm<sup>2</sup>/s hasta 5000 mm<sup>2</sup>/s a 25°C.

Ejemplos de los radicales hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> son los radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> indicados anteriormente en el caso de los alquilalcoxisilanos, y radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos con halógeno, los radicales alquenilo, tales como los radicales vinilo, alilo, n-5-hexenilo, 4-vinilciclohexilo y 3-norbornenilo; radicales arilo, tales como los radicales fenilo, bifenililo, naftilo, antrilo y fenantrilo; radicales alcarilo, tales como los radicales o-, m- y p-tolilo, radicales xililo y radicales etilfenilo; radicales aralquilo, tales como el radical bencilo, y los radicales α- y β-feniletilo. Son particularmente preferidos los radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> no sustituidos y el radical fenilo.

Aunque en la fórmula indicada anteriormente no se expresa, una parte de los radicales R puede estar reemplazada por átomos de hidrógeno unidos directamente a átomos de silicio. Sin embargo, esto no se prefiere.

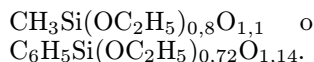
Ejemplos de los radicales R<sup>1</sup> son los radicales metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo y terc-butilo; radicales pentilo, tales como el radical n-pentilo y radicales hexilo, tales como el radical

## ES 2 167 628 T3

n-hexilo, siendo particularmente preferidos los radicales etilo.

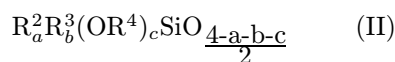
Preferiblemente, x tiene un valor medio de 0,9 a 1,1. Preferiblemente, y tiene un valor medio de 0,4 a 1,2. Preferiblemente, z tiene un valor medio de 0,0 a 0,2.

Ejemplos del organopolisiloxano (A) que contiene grupos alcoxi son compuestos de este tipo que pueden obtenerse por reacción de metiltriclorosilano y opcionalmente un alquil C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-triclorosilano, o feniltriclorosilano con etanol en agua, tales como los organopolisiloxanos de las fórmulas empíricas



El agente impregnante que se añade al agente de revestimiento de materiales de construcción, puede contener además de alquilalcoxisilanos también un organopolisiloxano (B) que contiene, además de otras unidades organosiloxano, unidades siloxano tales que contienen radicales unidos a SiC con nitrógeno básico, con la condición de que el índice de amina del organopolisiloxano es como mínimo 0,01.

Los organopolisiloxanos (B) son preferiblemente compuestos de este tipo constituidos por unidades de la fórmula general (II)



en la cual

R<sup>2</sup> significa radicales hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> monovalentes, iguales o diferentes, exentos de nitrógeno básico, sustituidos opcionalmente con halógeno, y unidos a SiC,

R<sup>3</sup> significa radicales hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub> monovalentes, iguales o diferentes, sustituidos opcionalmente con halógeno, que contienen nitrógeno básico, y unidos a SiC,

R<sup>4</sup> puede ser igual o diferente y significa átomo de hidrógeno o radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>,

a es 0, 1, 2 ó 3,

b es 0, 1, 2 ó 3, por término medio 0,05 como mínimo y

c es 0, 1, 2 ó 3,

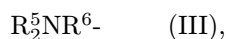
con la condición de que la suma de a, b y c es menor o igual que 3, y que el índice de amina del organopolisiloxano (B) es como mínimo 0,01.

El índice de amina designa el número de ml de HCl 1-n que son necesarios para la neutralización de 1 g de organopolisiloxano (B). El índice de amina del organopolisiloxano (B) es preferiblemente como mínimo 0,1, particularmente como mínimo 0,2, y preferiblemente como máximo 8, particularmente como máximo 4.

Ejemplos y ejemplos preferidos del radical R<sup>2</sup> se han indicado anteriormente para el radical R. Se prefieren particularmente el radical metilo y el radical isoctilo.

Preferiblemente, a cada átomo de silicio, al cual está unido un átomo de hidrógeno, está unido también un radical hidrocarburo, particularmente un radical metilo.

En el caso del radical R<sup>3</sup>, se trata preferiblemente de un radical de la fórmula general (III)



en la cual

R<sup>5</sup> puede ser igual o diferente y significa hidrógeno o un radical hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> monovalente, opcionalmente sustituido, o radical aminohidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> y

R<sup>6</sup> significa un radical hidrocarburo C<sub>1</sub>-C<sub>15</sub> bivalente.

## ES 2 167 628 T3

Ejemplos del radical R<sup>5</sup> son los ejemplos de radicales hidrocarburo dados para el radical R, así como radicales hidrocarburo sustituidos con grupos amino, tales como radicales aminoalquilo, siendo particularmente preferido el radical aminoetilo.

5 Preferiblemente, a cada átomo de nitrógeno en los radicales de la fórmula general (III) está unido como mínimo un átomo de hidrógeno.

En el caso del radical R<sup>6</sup> se trata preferiblemente de radicales hidrocarburo bivalentes con 1 a 10 átomos de carbono, de modo particularmente preferido 1 a 4 átomos de carbono, particularmente del  
10 radical n-propileno.

Ejemplos del radical R<sup>6</sup> son los radicales metileno, etileno, propileno, butileno, ciclohexileno, octadecileno, fenileno y butenileno.

15 Ejemplos preferidos de radicales R<sup>3</sup> son

H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
20 H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
H<sub>3</sub>-CNH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
H<sub>3</sub>CNH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
25 C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-,  
H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-,  
H(NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
30 cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
cyclo-C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-,  
(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-,  
35 (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- y  
(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-.

Los ejemplos de radicales alquilo R<sup>1</sup> son válidos también en toda su extensión para el radical R<sup>6</sup>.

40 Ejemplos y ejemplos preferidos del radical R<sup>4</sup> se han indicado anteriormente en el caso del radical R<sup>1</sup>. Son particularmente preferidos los radicales metilo y etilo.

El valor medio preferido para a es 0 a 2, particularmente 0 a 1,8.

45 El valor medio preferido para b es 0,1 a 0,6, particularmente 0,15 a 0,30.

El valor medio preferido para c es 0 a 0,8, particularmente 0,01 a 0,6.

50 Preferiblemente, los organopolisiloxanos (B) tienen una viscosidad de 5 a 5000, particularmente de 100 a 3000 mm<sup>2</sup>/s a 25°C.

Los organopolisiloxanos (B) pueden prepararse de manera conocida, por ejemplo por equilibración o condensación de silanos aminofuncionales con organopolisiloxanos, que contienen grupos alcoxi y/o grupos hidroxilo y que están exentos de nitrógeno básico.

55 El agente de revestimiento de materiales de construcción impregnante acuoso contiene preferiblemente 3 a 25 % en peso, particularmente 8 a 20 % en peso, del agente impregnante.

60 La proporción de organopolisiloxano (A) empleado opcionalmente y organopolisiloxano (B) es preferiblemente en conjunto como máximo 60 % en peso del agente impregnante.

El apresto con agente impregnante puede ser realizado inmediatamente antes de la aplicación del

## ES 2 167 628 T3

revestimiento o ya en fábrica por el propio fabricante del agente de revestimiento.

El agente impregnante se añade, bien sea como emulsión acuosa, o bien en forma pura al agente de revestimiento de materiales de construcción. Por ejemplo, el agente impregnante se incorpora en la  
5 preparación del agente de revestimiento de materiales de construcción, a fin de obtener el agente de revestimiento de materiales de construcción impregnante acuoso.

Cuando el agente impregnante se emplea como emulsión acuosa o en forma pura al agente de revestimiento de materiales de construcción, son particularmente apropiados como emulsionantes aniónicos:

10

1. Alquilsulfatos, particularmente compuestos de este tipo con una longitud de cadena de 8 a 18 átomos C, alquil- y alcariletersulfatos con 8 a 18 átomos C en el radical hidrófobo y 1 a 40 unidades óxido de etileno (OE) u óxido de propileno (OP).

15

2. Sulfonatos, particularmente alquilsulfonatos con 8 a 18 átomos C, alquilarilsulfonatos con 8 a 18 átomos C, tauridas, ésteres y semiésteres del ácido sulfosuccínico con alcoholes o alquifenoles monovalentes que tienen 4 a 15 átomos C; opcionalmente, estos alcoholes o alquifenoles pueden estar etoxilados también con 1 a 40 unidades OE.

20

3. Sales alcalinas y de amonio de ácidos carboxílicos con 8 a 20 átomos C en el radical alquilo, arilo, alcarilo o aralquilo.

25

4. Esteres parciales de ácido fosfórico y sus sales alcalinas y de amonio, particularmente alquil- y alcaril -fosfatos con 8 a 20 átomos C en el radical orgánico, alquiléter- o alcarileterfosfatos con 8 a 20 átomos C en el radical alquilo o alcarilo y 1 a 40 unidades OE.

Como emulsionantes no iónicos son particularmente apropiados:

30

5. Poli(alcohol vinílico), que contiene además 5 a 50 %, preferiblemente 8 a 20 % de unidades acetato de vinilo, con un grado de polimerización de 500 a 3000.

6. Alquilpoliglicoléteres, preferiblemente compuestos de este tipo con 8 a 40 unidades OE y radicales alquilo de 8 a 20 átomos C.

35

7. Alquilarilpoliglicoléteres, preferiblemente compuestos de este tipo con 8 a 40 unidades OE y 8 a 20 átomos C en los radicales alquilo y arilo.

8. Copolímeros de bloques óxido de etileno/óxido de propileno (OE/OP), preferiblemente compuestos de este tipo con 8 a 40 unidades OE u OP.

40

9. Productos de adición de alquilaminas que tienen radicales alquilo de 8 a 22 átomos C con óxido de etileno u óxido de propileno.

10. Ácidos grasos con 6 a 24 átomos C.

45

11. Alquilpoliglicosidos de la fórmula general  $R^*-O-Z_o$ , en la cual  $R^*$  significa un radical alquilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene por término medio 8-24 átomos C y  $Z_o$  significa un radical oligoglicosido que tiene por término medio  $o = 1-10$  unidades hexosa o pentosa, o sus mezclas.

50

12. Materiales naturales y sus derivados, tales como lecitina, lanolina, saponinas y celulosa; alquiléteres de celulosa y carboxialquilcelulosas, cuyos grupos alquilo poseen en cada caso hasta 4 átomos de carbono.

13. Organo(poli)siloxanos lineales que contienen grupos polares, particularmente compuestos de este tipo con grupos alcoxi que tienen hasta 24 átomos C y/o hasta 40 grupos OE y/u OP.

55

Como emulsionantes catiónicos son particularmente apropiados:

14. Sales de aminas grasas primarias, secundarias y terciarias que tienen 8 a 24 átomos C con ácido acético, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácidos fosfóricos.

60

15. Sales cuaternarias de alquil- y alquibenceno -amonio, particularmente compuestos de este tipo

## ES 2 167 628 T3

cuyos grupos alquilo poseen 6 a 24 átomos C, en particular los halogenuros, sulfatos, fosfatos y acetatos.

16. Sales de alquilpiridinio, alquilimidazolínio y alquioxazolinio, particularmente compuestos de este tipo cuya cadena alquilo posee hasta 18 átomos C, especialmente los halogenuros, sulfatos, fosfatos y acetatos.

Como emulsionantes anfóteros son particularmente apropiados:

17. Aminoácidos sustituidos de cadena larga, tales como N - alquil - di - (aminoetil - )glicina o sales de ácido N - alquil - 2 - aminopropiónico.

18. Betaínas, tales como sales de N - (3 - acilamidopropil) - N,N - dimetilamonio con un radical acilo C<sub>8</sub> - C<sub>18</sub> y alquil - imidazolio - betaínas.

Como emulsionantes se prefieren emulsionantes no iónicos, particularmente los productos de adición de alquilaminas con óxido de etileno u óxido de propileno indicados anteriormente en 9, los alquilpoliglicósidos indicados anteriormente en 11, y el poli(alcohol vinílico) indicado anteriormente en 5. Poli(alcoholes vinílicos) particularmente preferidos contienen además 5 a 20 %, en particular 10 a 15 %, de unidades acetato de vinilo y presentan preferiblemente un grado de polimerización de 500 a 3000, en particular de 1200 a 2000.

La proporción del emulsionante es preferiblemente 1 a 30 % en peso, particularmente 2 a 10 % en peso, referida a la cantidad total del agente impregnante.

El agente de revestimiento de materiales de construcción impregnante acuoso puede contener además sustancias tampón, que estabilizan el valor de pH en el campo de 5 a 8, en el cual el agente impregnante es muy estable a la hidrólisis. Son apropiados todos los ácidos y bases orgánicos e inorgánicos que se comportan como químicamente inertes frente a los restantes constituyentes de los agentes de revestimiento de materiales de construcción, particularmente las sales alcalinas, alcalinotérricas y de amonio de ácidos carboxílicos, ácido fosfórico, ácido carbónico y ácido sulfúrico. Son particularmente preferidos carbonato de sodio, hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenofosfato de sodio, y una mezcla de ácido acético y solución acuosa de amoníaco. La cantidad preferida de sustancias tampón es preferentemente como máximo 3, particularmente 1 % en peso, de la cantidad total de los agentes de revestimiento de materiales de construcción impregnantes acuosos.

Los agentes de revestimiento de materiales de construcción impregnantes acuosos pueden contener, además de los constituyentes descritos anteriormente, aditivos tales como fungicidas, bactericidas, algicidas, microbicidas, perfumes, inhibidores de corrosión y antiespumantes. La cantidad preferida de aditivos es como máximo 2, particularmente 0,5 % en peso de la cantidad total de los agentes de revestimiento de materiales de construcción impregnantes acuosos.

La invención se refiere también a un agente de revestimiento de materiales de construcción para materiales de construcción minerales, que contiene 1 a 30 % en peso de alquil C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alcoxilano C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> y opcionalmente organopolisiloxano (A) que contiene grupos alcoxi como agente impregnante.

En los ejemplos siguientes, todos los datos de partes y porcentajes se refieren, a no ser que se indique otra cosa, al peso. Excepto que se indique otra cosa, los ejemplos subsiguientes se realizaron a la presión de la atmósfera circundante, es decir aproximadamente a 0,10 MPa, y a la temperatura ambiente, es decir aproximadamente a 20°C, o a una temperatura que se establece por sí misma por la puesta en contacto de las sustancias reaccionantes a la temperatura ambiente sin calentamiento o enfriamiento adicionales. Todos los datos de viscosidad indicados en los ejemplos se refieren a una temperatura de 25°C. El contenido de sólidos de las emulsiones designa la suma de todos los componentes, a excepción del agua.

### Ejemplos

#### Ejemplo 1

*Pintura de resina de silicona (Ejemplo de Comparación)*

Se mezclan en un dispositivo de agitación comercial de alta velocidad para la preparación de revestimientos acuosos de edificios, en este orden:

## ES 2 167 628 T3

	336 partes en peso	agua
	1 parte en peso	distribuidor de pigmento
	2 partes en peso	fungicida
5	5 partes en peso	espesante a base de éteres de celulosa
	120 partes en peso	dióxido de titanio
	275 partes en peso	Creta
	60 partes en peso	talco
10	95 partes en peso	de una emulsión acuosa de resina de silicona aprox. al 54 % en peso, constituida por 90 % molar de unidades $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ , 20 % molar de unidades $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}$ y 10 % molar de unidades $\text{C}_2\text{H}_5\text{OSiO}_{3/2}$
	10 partes en peso	de una emulsión acuosa al 55 % en peso de un producto de condensación de un $\alpha, \omega$ -dihidroxi metilpolisiloxano que contiene en cada una de las unidades terminales un grupo hidroxilo unido a Si y N(-2-aminoetil)-3-aminopropil-trimetoxisilano en presencia de KOH con un índice de amina de aproximadamente 0,3, una viscosidad de aproximadamente $1500 \text{ mm}^2/\text{s}$ a $25^\circ\text{C}$ y un contenido de radical metoxi menor que 5 % molar, referido a los grupos metoxi presentes inicialmente en el N(-2-aminoetil)-3-aminopropiltrimet-oxisilano.
15		
20		
	1 parte en peso	solución de amoniaco
	95 partes en peso	de una dispersión de polímero aprox. al 50 % en peso a base de acrilato de estireno (Acronal <sup>®</sup> 290 D de BASF AG, Alemania)
25	se obtienen:	
	1000 partes en peso	pintura de resina de silicona

30 Se reviste una arenisca calcárea con pincel con  $200 \text{ g}/\text{m}^2$  de esta pintura de resina de silicona. Después de 14 días de almacenamiento del sustrato revestido a la temperatura ambiente en clima normal se determina la fuerza de adhesión según DIN ISO 4624, así como el espesor de la zona hidrófoba (profundidad de penetración) bajo el revestimiento. Este último se determina por fragmentación del sustrato y mojado del punto de fractura con agua.

35 Se obtienen los valores siguientes:

Profundidad de penetración: 0 mm

Fuerza de adhesión:  $1,50 \text{ N}/\text{mm}^2$ .

### 40 Ejemplo 2

A la pintura de resina de silicona (SHF) preparada de acuerdo con el Ejemplo 1 se añade la emulsión de silano EM 8 en las cantidades indicadas en la Tabla 1, mediante incorporación con agitación.

### 45 *Preparación de la emulsión de silano EM 8*

50 54 partes en peso de iso-octiltriethoxisilano se emulsionan con 6 partes en peso del producto de condensación de un  $\alpha, \omega$ -dihidroxi metilpolisiloxano que contiene en cada una de las unidades terminales un grupo hidroxilo unido a si y N(-2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano en presencia de KOH con un índice de amina de aproximadamente 0,3, una viscosidad de aproximadamente  $1500 \text{ mm}^2/\text{s}$  a  $25^\circ\text{C}$  y un contenido de radicales metoxi menor que 5 % molar, referido a los grupos metoxi presentes inicialmente en el N(-2 -aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 0,5 partes en peso de un producto de reacción de estearilamina y óxido de etileno (Genami<sup>®</sup> 200 de Hoechst AG, Frankfurt), 2,7 partes en peso de un C<sub>8</sub>-C<sub>10</sub>-glicosido de alcohol graso en solución acuosa (Glukopon<sup>®</sup> 225 de Henkel KGaA, Düsseldorf) y 36,8 partes en peso de agua.

60 Las emulsiones acuosas se preparan de tal manera que primeramente se mezcla una parte del agua con agente emulsionante y se emulsiona el polisiloxano aminofuncional seguido por silano. Tanto la mezcladura mencionada inicialmente como el emulsionamiento se realizan en un dispositivo de agitación estátor-rotor de alta velocidad según el Prof. P. Willems.

## ES 2 167 628 T3

La pintura de resina de silicona autoimprimante obtenida exhibe después de su aplicación sobre arenisca calcárea, almacenamiento del sustrato y determinación de la profundidad de penetración y la fuerza de adhesión de acuerdo con el Ejemplo 1, los valores indicados en la Tabla 1:

5

TABLA 1

10

Ejemplo 2	Adición de EM 8 a 100 g de SHF	Cantidad de aplicación de SHF	Profundidad de penetración	Fuerza de adhesión
a)	2 g	204 g/M <sup>2</sup>	0,1 mm	1,90 N/mm <sup>2</sup>
b)	10 g	220 g/M <sup>2</sup>	0,5 mm	* 2,86 N/mm <sup>2</sup>
c)	20 g	240 g/M <sup>2</sup>	1,5 mm	* 2,94 N/mm <sup>2</sup>
d)	30 g	260 g/M <sup>2</sup>	2,0 mm	* 2,90 N/mm <sup>2</sup>
e)	50 g	300 g/M <sup>2</sup>	2,5 mm	* 2,82 N/mm <sup>2</sup>
f)	** 20 g	240 g/M <sup>2</sup>	1,5 mm	* 2,90 N/mm <sup>2</sup>

15

20

25

30

\* Se encuentran arrancamientos de piedra; la fuerza de adhesión es mayor que la resistencia inherente de la arenisca calcárea.

\*\* Adición de 20 g de EM 8 a 100 g de pintura de resina de silicona y almacenamiento subsiguiente de la mezcla durante 4 meses a la temperatura ambiente antes de la aplicación sobre la arenisca calcárea

35

Ejemplo 3 (Ejemplo de Comparación)

Se emplea exclusivamente como agente de imprimación la emulsión de silano EM 8. Para ello se diluye la misma con agua en la relación 1:9. Se tratan areniscas calcáreas con esta dilución de EM 8 de acuerdo con el Ejemplo 1, se almacenan y se determina la profundidad de penetración.

40

Los valores obtenidos se indican en la Tabla 2:

TABLA 2

45

Ejemplo 3	Cantidad de aplicación	Profundidad de penetración
a)	40 g/m <sup>2</sup>	0,2 mm
b)	200 g/m <sup>2</sup>	1,0 mm
c)	400 g/m <sup>2</sup>	2,0 mm
d)	600 g/m <sup>2</sup>	2,5 mm
e)	1000 g/m <sup>2</sup>	3,0 mm

50

55

60

## ES 2 167 628 T3

### Ejemplo 4

Se añade isooctiltrietoxisilano durante la preparación de la pintura de resina de silicona, a fin de obtener una pintura de resina de silicona autoimprimante.

5

Se mezclan en un dispositivo de agitación comercial de alta velocidad para la preparación de revestimientos acuosos de edificios en este orden:

10	53 partes en peso	de una emulsión acuosa aprox. al 55 % en peso del producto de condensación descrito en el Ejemplo 2 para la preparación de la emulsión de silano EM 8
	8 partes en peso	de un glicosido C <sub>8</sub> -C <sub>10</sub> de alcohol graso en solución acuosa (Glukopon <sup>®</sup> 225 de Henkel KGaA, Düsseldorf)
	106 partes en peso	isooctiltrietoxisilano
15	379 partes en peso	agua
	1 parte en peso	distribuidor de pigmento
	2 partes en peso	fungicida
	5 partes en peso	espesante a base de éteres de celulosa
20	120 partes en peso	dióxido de titanio
	275 partes en peso	Creta
	60 partes en peso	Talco
25	95 partes en peso	de una emulsión acuosa de resina de silicona aprox. al 54 % en peso, constituida por unidades CH <sub>3</sub> SiO <sub>3/2</sub> , con aproximadamente 20 % molar de unidades (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> SiO <sub>2/2</sub> y aproximadamente 10 % molar de unidades C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OSiO <sub>3/2</sub>
	1 parte en peso	solución de amoniaco
30	95 partes en peso	de una dispersión de polímero aprox. al 50 % en peso a base de acrilato de estireno (Acronal <sup>®</sup> 290 D de BASF AG, Alemania)
	se obtienen:	
	1200 partes en peso	pintura de resina de silicona

35

Se reviste una arenisca calcárea con pincel con 240 g/m<sup>2</sup> de esta pintura de resina de silicona autoimprimante, se almacena, y se determina la profundidad de penetración y la fuerza de adhesión como se describe en el Ejemplo 1.

Se obtienen los valores siguientes:

40

Profundidad de penetración: 1,5 mm

Fuerza de adhesión: 2,75 N/mm<sup>2</sup>.

45

Ejemplo 5 (Ejemplo de Comparación)

20 g de isooctiltrietoxisilano se mezclan con 180 g de un disolvente alifático ("white spirit", disolvente mineral incoloro). Se trata una arenisca calcárea con esta mezcla de acuerdo con el Ejemplo 1 por aplicación con pincel (200 g/m<sup>2</sup>), se almacena y se determina la profundidad de penetración.

50

Se obtiene el valor siguiente:

Profundidad de penetración: 1,5 mm.

55

Ejemplo 6

60

La pintura de resina de silicona preparada de acuerdo con el Ejemplo 1, y una pintura de dispersión comercial para fachadas a base de polímero de acrilato (Maxicryl<sup>®</sup> de Sto AG, Stühlingen, Alemania) se mezclan con 20 % en peso en cada caso de las emulsiones de silano siguientes N° 1 a 4, o de agua. Los revestimientos de edificios autoimprimantes así obtenidos se evalúan después de aplicación sobre arenisca calcárea y almacenamiento en lo referente a la determinación de la profundidad de penetración.

## ES 2 167 628 T3

Emulsiones de silano N° 1 a N° 4:

N° 1: una mezcla de 100 g de polisiloxanodiol con un peso molecular de 6803 g/mol y 32,5 g de  $\gamma$ -aminopropil-trietoxisilano se calienta con agitación y paso de nitrógeno a su través a 180°C y se mantiene aproximadamente 4 horas a esta temperatura, hasta que se han desalojado 8,8 g de etanol. El producto que se forma se enfría a continuación. 125 g de este producto se mezclan con 125 g de isobutiltrimetoxisilano. Esta formulación se trata con 20 g de una mezcla de emulsionante, constituida por un cloruro de metilpolioxietilen(15)cocoamonio en la relación en peso 1:1 y, después de adición de 335 g de agua, se trata con un aparato que funciona según el principio rotor-estátor para dar una emulsión. La emulsión tiene 40 % en peso de isobutiltrimetoxisilano.

N° 2: 10 g de n-octiltrietoxisilano y 1,5 g de mono-octadecanoato de sorbitol se agitan energicamente con un agitador magnético y se tratan con 38,5 g de agua en el transcurso de 5 minutos. La emulsión tiene 20 % en peso de n-octiltrietoxisilano.

N° 3: 58,4 g de agua, 1,25 g de agente tensioactivo de la fórmula  $H_3C-(CH_2)_u-CH=CH-(CH_2)_u-(OCH_2-CH_2)_5-O-Si(OC_2H_5)_2-(CH_2)_u-CH_3$  en la cual  $u = 6-10$  y 0,35 g de octilsulfonato de sodio se cargan inicialmente con agitación. Se añaden a esta mezcla 40 g de n-octiltrietoxisilano con agitación y a continuación se ajusta a pH 7,5 con hidrogenocarbonato de sodio. La emulsión tiene 40 % en peso de n-octiltrietoxisilano.

N° 4: 61,81 g de una mezcla constituida por 0,97 partes en peso de n-octiltrietoxisilano y 1 parte en peso de una resina de fórmula media  $(CH_3)_{0,8}(C_{12}H_{25})_{0,2}Si(O)_1(OCH_3)_1$  se dispersan con 1 g de una mezcla constituida por un aducto con óxido de etileno de un alcohol graso y un laurato de poli(oxi-etilensorbitán) con un valor HLB de 15 en presencia de 0,1 g de etanolamina y 37,1 g de agua a 200 bares en el dispersor de chorro con 2 toberas conectadas en serie. El tamaño medio de partícula es 0,834  $\mu m$ . La emulsión tiene 60 % en peso de agente impregnante.

Los resultados se indican en la Tabla 3:

TABLA 3

Ejemplo 6*	Emulsión de silano añadida	Profundidad de penetración	
		Color de dispersión	SHF del Ejemplo 1
a)	N° 1	-**	1 mm
b)	N° 2	-**	0,5 mm
c)	N° 3	0,5 mm	0,5 mm
d)	N° 4	0,5 mm	0,5 mm
e) comparación	agua	0 mm	0 mm

\* Cantidad de aplicación del revestimiento autoimprimante sobre arenisca calcárea: 240 g/m<sup>2</sup> Adición de la emulsión de silano N° 1 a N° 4 o adición de agua a 100 g del revestimiento de edificios: 20 g

\*\* No se determinó.

Ejemplo 7

En 100 g de la pintura de dispersión para fachadas a base de acrilato del Ejemplo 6 se incorporaron con agitación 30 g de EM 8 del Ejemplo 2. La pintura de dispersión autoimprimante así obtenida exhibe después de aplicación sobre arenisca calcárea y almacenamiento del sustrato de acuerdo con el Ejemplo 1 los valores siguientes:

## ES 2 167 628 T3

Profundidad de penetración: 0,5 mm

Fuerza de adhesión: 2,60 N/mm<sup>2</sup>.

5 Sin adición de EM 8, el revestimiento exhibe los valores siguientes:

Profundidad de penetración: 0 mm

Fuerza de adhesión: 2,15 N/mm<sup>2</sup>.

10 Ejemplo 8

Se procede como en el Ejemplo 7. Sin embargo, se incorporan con agitación 30 g de EM 8 en 100 g de una pintura de dispersión de silicato (pintura de silicato ISPO<sup>®</sup>, de Ispo GmbH, Kriftel). Se encuentran las profundidades de penetración siguientes de la pintura autoimprimante de dispersión de silicato: 1,5 mm. Sin adición de EM 8, la profundidad de penetración es 0 mm.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

REIVINDICACIONES

1. Proceso para revestimiento e impregnación repelente al agua de un material de construcción mineral, en el cual un agente de revestimiento de materiales de construcción, que contiene 1 a 30 % en peso de alquil C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alcoxisilano C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> como agente de impregnación, se aplica sobre el material de construcción, **caracterizado** porque el agente de revestimiento de materiales de construcción es una pintura.

2. Proceso según la reivindicación 1, en el cual los alquil C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alcoxisilanos C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> tienen 1 ó 2 radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> monovalentes iguales o diferentes, opcionalmente sustituidos con halógeno, y unidos a través de SiC, y los radicales restantes son radicales alcoxi C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> iguales o diferentes.

3. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual el agente impregnante contiene un organo -polisiloxano (A) que contiene grupos alcoxi.

4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual el agente impregnante contiene un organo -polisiloxano (B), que además de otras unidades organo -siloxano contiene unidades siloxano tales que contienen radicales unidos a SiC con nitrógeno básico, con la condición de que el índice de amina del organopolisiloxano (B) es como mínimo 0,01.

20

25

30

35

40

45

50

---

**NOTA INFORMATIVA:** Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.

---