

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 014 894**

51 Int. Cl.:
C09D 183/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.05.2022 PCT/EP2022/062894**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.12.2022 WO22248238**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.05.2022 E 22729121 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.01.2025 EP 4347734**

54 Título: **Composición ecológica para tratar sustratos minerales**

30 Prioridad:
27.05.2021 EP 21176149

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.04.2025

73 Titular/es:
**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.00%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:
**MARTENS-KRUCK, SUSANNE CHRISTINE;
LJESIC, SPOMENKO;
GÜZELSAHIN, MUSTAFA y
ZEISEL, STEFFEN**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 3 014 894 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composición ecológica para tratar sustratos minerales

5 La presente invención se refiere a una dispersión para tratar una superficie de un sustrato, especialmente de una superficie de un sustrato mineral, un método de preparación de dicha dispersión, un método para tratar una superficie de un sustrato y un sustrato obtenido con el mismo.

Antecedentes de la invención

10 Los alquilsilanos y siloxanos se han usado para tratar superficies durante mucho tiempo en la técnica. Sin embargo, el uso de silanos o siloxanos puros a menudo está limitado debido a la elevada liberación de VOC (compuestos orgánicos volátiles) durante el tratamiento y a la limitada vida útil de dichos productos. Para reducir la cantidad de liberación de VOC, el documento US 5 225 510 A propone el uso de un hidrolizado/condensado de alquilsilanos como tratamiento para mampostería. Sin embargo, los productos divulgados carecen de la suficiente estabilidad en almacenamiento, ya que los productos siguen siendo reactivos y, por lo tanto, las propiedades de las superficies tratadas variarán dependiendo de la antigüedad del producto. Sin embargo, esto no es aceptable, ya que los clientes desean propiedades constantes y fiables de las superficies tratadas.

20 Otro intento de mejorar la superficie del hormigón reforzado con acero se analiza en el documento EP 3 072 858 usando alquilsilanos en combinación con aminas. Sin embargo, las aminas son catalizadores para la condensación de alquilsilanos y, de nuevo, las propiedades de las superficies tratadas dependen de la antigüedad del producto y, además, muchas aminas son tóxicas y/o suponen un peligro para el medio ambiente.

25 Las dispersiones acuosas de alcoxisilano y alcoxisiloxanos, la preparación y uso de las mismas se describen en una diversidad de publicaciones (véanse, por ejemplo, los documentos WO 2006/081891 A1 y WO 2006/081892 A1). Dichas dispersiones se usan, entre otras cosas, para proporcionar efectos hidrófobos sobre superficies minerales usadas en la industria de la construcción. Estas dispersiones típicamente hacen uso de *n*-octiltrietoxisilano (también denominado OCTEO en la técnica) o un derivado alcoxi del mismo para permitir que se obtengan efectos suficientemente hidrófobos y de larga duración. Sin embargo, recientemente se ha descubierto que el *n*-octiltrietoxisilano es tóxico para los organismos acuáticos y se reclasificará en consecuencia. El uso de dicho compuesto o composición supone una amenaza significativa para los organismos acuáticos.

35 En el documento CN 107556050 se emplea una pasta que usa, entre otras cosas, siloxanos cíclicos basados en OCTEO para tratar superficies de hormigón. Los siloxanos cíclicos son bien conocidos por su toxicidad y deben evitarse.

40 Aunque hay varios intentos descritos en la técnica que usan silanos y compuestos derivados de los mismos, ninguno hasta la fecha ofrece una solución para hacer hidrófobos los sustratos minerales sin usar sustancias nocivas tales como OCTEO o aminas. Como los sustratos minerales típicamente se usan en el exterior, no se puede evitar eficazmente la exposición de dichas sustancias nocivas. Pueden resultar de ello daños ecológicos, tales como contaminación de las aguas subterráneas.

45 El documento WO 2008/134243 A1 divulga en el ejemplo 1 una composición usada con el mismo propósito que la presente invención, que comprende *n*-octilsilsesquioxano y un fenilsiloxano. En la descripción se mencionan como alternativas *n*-butil e isobutiltrietoxisilano.

Objetivo de la invención

50 Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es superar los inconvenientes de la técnica anterior. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar una composición para hacer hidrófobas las superficies minerales. Otro objeto subyacente a la presente invención es proporcionar una composición ecológica que no requiera el uso de OCTEO (o condensados derivados del mismo).

55 Sumario de la invención

Estos objetivos se resuelven usando una dispersión para tratar una superficie de un sustrato (mineral) de acuerdo con la invención que comprende

60 A) al menos un butilsilano seleccionado del grupo formado por *iso*-butiltrialcoxisilano y *n*-butiltrialcoxisilano;

B) al menos un compuesto a base de silano que comprende al menos dos componentes básicos representados por la fórmula (P)



en donde

R^{p1} se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, grupo alquilo y grupo arilo,

5 R^{p2} se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo C3-C18 y un grupo alquenoilo, p se selecciona de 0, 1 y 2; y

C) agua.

10 Ventajosamente, la presente invención permite conseguir efectos hidrófobos mejorados en comparación con las soluciones de la técnica anterior que usan OCTEO y similares. Además, se descubrió sorprendentemente que la dispersión de acuerdo con la invención es estable en almacenamiento durante al menos 12 meses a 20 °C. Esta estabilidad en almacenamiento de la dispersión de acuerdo con la invención permite obtener propiedades constantes a lo largo del tiempo cuando se trata una superficie con dicha dispersión. La dispersión de acuerdo con la invención está preferiblemente libre de OCTEO y, por tanto, es benigna para el medio ambiente.

15 Pueden encontrarse realizaciones preferidas que resuelven particularmente bien los objetivos de la presente invención en las reivindicaciones dependientes o en la descripción adjunta a continuación en este documento.

20 Descripción detallada de la invención

Los porcentajes a lo largo de esta memoria descriptiva son porcentajes en peso (% en peso) salvo que se indique lo contrario. Las concentraciones dadas en esta memoria descriptiva se refieren al volumen o la masa de las dispersiones o composiciones enteras, salvo que se indique lo contrario.

25 El término "alquilo" de acuerdo con la presente invención comprende grupos alquilo ramificados o no ramificados que comprenden elementos estructurales cíclicos y/o no cíclicos, en donde los elementos estructurales cíclicos de los grupos alquilo requieren naturalmente al menos tres átomos de carbono. Alquilo C1-CX en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones se refiere a grupos alquilo que tienen de 1 a X átomos de carbono (siendo X un número entero). Alquilo C1-C8 incluye, por ejemplo, entre otros, metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, sec-pentilo, terc-pentilo, neo-pentilo, hexilo, heptilo y octilo. Teóricamente, los grupos alquilo sustituidos pueden obtenerse remplazando al menos un hidrógeno por un grupo funcional. Salvo que se indique lo contrario, los grupos alquilo se seleccionan preferiblemente de alquilo C1-C8 sustituido o no sustituido, más preferiblemente de alquilo C1-C4 sustituido o no sustituido debido a su solubilidad en agua mejorada.

35 El "alquenoilo" es un derivado insaturado de un grupo alquilo que comprende al menos un enlace olefínico (C=C-doble). Las preferencias descritas anteriormente para los grupos alquilo se aplican a los grupos alquenoilo *mutatis mutandis*.

40 El término "alcanodiilo" es el grupo correspondiente que tiene dos valencias libres (sitios de unión). A veces, en la técnica se denomina "alquileneno". Dichos residuos de acuerdo con la presente invención comprenden elementos estructurales cíclicos y/o no cíclicos y pueden ser lineales y/o ramificados. Alcanodiilo C1-C4 incluye, por ejemplo, entre otros, metano-1,1-diilo, etano-1,2-diilo, etano-1,1-diilo, propano-1,3-diilo, propano-1,2-diilo, propano-1,1-diilo, butano-1,4-diilo, butano-1,3-diilo, butano-1,2-diilo, butano-1,1-diilo, butano-2,3-diilo. Además, los átomos de hidrógeno individuales unidos al compuesto alcanodiilo pueden estar sustituidos en cada caso con un grupo funcional tal como los definidos anteriormente para el grupo alquilo. Salvo que se indique lo contrario, los grupos alcanodiilo se seleccionan preferiblemente de alcanodiilo C1-C8 sustituido o no sustituido, más preferiblemente de alcanodiilo C1-C4 sustituido o no sustituido debido a su solubilidad en agua mejorada.

50 El término "arilo" de acuerdo con la invención se refiere a residuos de hidrocarburos aromáticos en forma de anillo, por ejemplo, fenilo o naftilo donde los átomos de carbono individuales del anillo pueden remplazarse por N, O y/o S, por ejemplo, benzotiazolilo. Preferiblemente, no se sustituye ningún átomo de carbono para evitar reacciones secundarias no deseadas en la preparación de los compuestos de piridinio. Además, los grupos arilo están opcionalmente sustituidos, remplazando un átomo de hidrógeno en cada caso por un grupo funcional. El término arilo C5-CX se refiere a grupos arilo que tienen de 5 a X átomos de carbono (opcionalmente remplazados por N, O y/o S) en el grupo aromático en forma de anillo (siendo X naturalmente un número entero). Se prefiere arilo C5-C6, salvo que se indique lo contrario. "Arenodiilo" es el grupo divalente correspondiente a arilo, por ejemplo, fenileno. Las preferencias descritas anteriormente para los grupos arilo se aplican a los grupos arenodiilo *mutatis mutandis*.

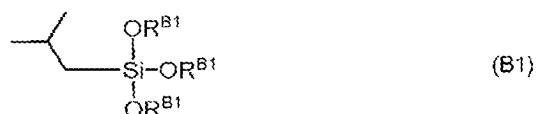
60 Salvo que se indique lo contrario, los grupos descritos anteriormente están sustituidos o no sustituidos. Los grupos funcionales como sustituyentes se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en hidroxilo (-OH) y carboxilo (-CO₂H). Los grupos son preferiblemente no sustituidos, salvo que se indique lo contrario a continuación en este documento.

Si se tiene que seleccionar más de un residuo de un grupo dado, cada uno de los residuos se selecciona

independientemente entre sí, salvo que se indique lo contrario a continuación en este documento, lo que significa que pueden seleccionarse para que sean los miembros iguales o miembros diferentes de dicho grupo. Los sitios de unión en algunas fórmulas químicas en este documento pueden destacarse mediante una línea ondulada. Los métodos descritos en este documento comprenden las denominadas etapas del método. Salvo que se indique lo contrario, las etapas del método se llevan a cabo en el orden indicado. Opcionalmente, los métodos comprenden etapas del método adicionales a realizar antes, después y/o entre dichas etapas del método. Las preferencias y detalles descritos para un aspecto de la presente invención se aplican *mutatis mutandis* a los demás aspectos de la misma salvo que se indique lo contrario o sea técnicamente inviable.

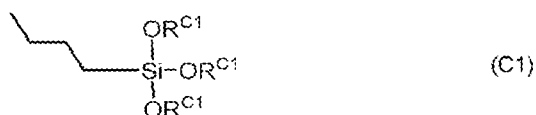
La dispersión de acuerdo con la invención comprende al menos un butilsilano. Los butilsilanos están disponibles en el mercado o pueden prepararse por medios conocidos en la técnica. El al menos un butilsilano se selecciona del grupo que consiste en *iso*-butiltrialcoxisilano y *n*-butiltrialcoxisilano.

El *iso*-butiltrialcoxisilano puede estar representado por la fórmula (B1):



en donde cada R^{B1} es independientemente un grupo alquilo, preferiblemente seleccionado del grupo que consiste en grupo metilo y grupo etilo.

El *n*-butiltrialcoxisilano puede estar representado por la fórmula (C1):

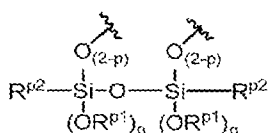


en donde cada R^{C1} es independientemente un grupo alquilo, preferiblemente seleccionado del grupo que consiste en grupo metilo y grupo etilo.

El al menos un butilsilano preferiblemente es un *iso*-butiltrialcoxisilano, más preferiblemente *iso*-butiltrietoxisilano (también: (2-metilpropil)trietoxisilano). Los butilsilanos preferidos pueden penetrar ventajosamente de forma más eficaz en el sustrato (mineral) y, por lo tanto, permitir un efecto hidrófobo mejorado. La penetración mejorada en dicho material potencia más la durabilidad a largo plazo del efecto hidrófobo.

La cantidad del al menos un butilsilano en la dispersión de acuerdo con la invención varía preferiblemente de un 1 a un 60 % en peso, más preferiblemente de un 5 a un 50 % en peso, incluso más preferiblemente de un 10 a un 40 % en peso, en función del peso total de la dispersión. Si se emplea más de un butilsilano, la cantidad total de todos los butilsilanos se encuentra preferiblemente en los intervalos anteriores.

La dispersión de acuerdo con la invención comprende al menos un compuesto a base de silano. El al menos un compuesto a base de silano comprende (o consiste preferiblemente en) al menos dos componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P). Los al menos dos componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P) están unidos entre sí por un átomo de oxígeno de unión presente entre los dos átomos de silicio de los componentes básicos individuales. Un compuesto a base de silano que consiste en dos componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P) puede representarse de forma ejemplar como sigue:



R^{p1} se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en hidrógeno y grupo alquilo C1-C4, más preferiblemente del grupo que consiste en hidrógeno, grupo metilo y grupo etilo, incluso más preferiblemente hidrógeno para reducir la cantidad de VOC.

R^{p2} se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en grupo alquilo C3-C18 y grupo vinilo, R^{p2} es preferiblemente un grupo alquilo C3-C8, más preferiblemente un grupo alquilo C3-C4, incluso más preferiblemente *n*-propilo. El grupo alquilo de R^{p2} está opcionalmente sustituido, en donde el al menos un grupo funcional se selecciona del grupo que consiste en grupo halógeno (preferiblemente cloro y bromo), grupo amino (-NH₂) y grupo tiol (-SH). Preferiblemente, el grupo alquilo de R^{p2} no está sustituido.

p se selecciona preferiblemente de 0 y 1.

El al menos un compuesto a base de silano comprende preferiblemente (o más preferiblemente consiste en) de 2 a 40, más preferiblemente de 2 a 20, incluso más preferiblemente de 2 a 8, componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P). El número de componentes básicos puede determinarse por medios convencionales conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, puede obtenerse mediante GPC (cromatografía de filtración en gel). Generalmente, dicho método permite la determinación de masas moleculares o el peso molecular, así como la distribución de masas moleculares. El método de análisis de GPC se describe en detalle en "Modern Size-Exclusion Liquid Chromatography", Andre Striegel *et al.*, Wiley & Sons, 2.^a ed., 2009. Los patrones preferibles para la calibración son óxido de polietileno/polietilenglicol, medidos en un dispositivo Agilent 1100, usando como eluyente MEK (metiltilcetona) con un caudal de 1 ml/min y un conjunto de columnas que consiste en columnas MZ Gel SD plus.

Los al menos dos componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P) componen preferiblemente al menos un 50 % en peso, más preferiblemente un 75 % en peso, incluso más preferiblemente un 90 % en peso, del compuesto a base de silano. El al menos un compuesto a base de silano consiste preferiblemente en al menos dos componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P).

El compuesto a base de silano puede prepararse por medios conocidos en la técnica. La preparación del compuesto a base de silano (especialmente oligómeros de propiltrióxidosilano) puede lograrse, por ejemplo, como se describe en el documento US 2002/0090316 A1 (véanse en particular los párrafos 0021 y 0058 a 0062). Por ejemplo, el compuesto a base de silano puede prepararse mediante hidrólisis controlada y condensación de silanos adecuados tales como triálcoxialquilsilanos y triálcoxialquensilanos o los respectivos derivados trihalo de los mencionados anteriormente (por ejemplo, tricloropropilsilano), preferiblemente en un disolvente adecuado tal como etanol. Se emplea preferiblemente un catalizador adecuado, por ejemplo, un ajustador del pH adecuado tal como ácido clorhídrico. La hidrólisis controlada y la condensación van seguidas preferiblemente de una etapa de destilación para eliminar el alcohol de hidrólisis formado y el disolvente, si lo hubiera (véase anteriormente). Los detalles de preparación descritos para el compuesto de siloxano se aplican generalmente *mutatis mutandis*. Ejemplos preferidos de los compuestos a base de silano son oligómeros y polímeros de los silanos correspondientes, especialmente de *n*-propiltriálcoxilsilano, preparados como se describe anteriormente en este documento por su facilidad de preparación y efectos pronunciados en la dispersión de acuerdo con la invención. Un oligómero en el contexto de la presente invención comprende de 2 a 10 componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P), un polímero comprende 11 o más de dichos componentes básicos.

La cantidad del al menos un compuesto a base de silano en la dispersión de acuerdo con la invención varía preferiblemente de un 1 a un 60 % en peso, más preferiblemente de un 5 a un 50 % en peso, incluso más preferiblemente de un 10 a un 40 % en peso, en función del peso total de la dispersión. Si se emplea más de un compuesto a base de silano, la cantidad total de todos los compuestos a base de silano se encuentra preferiblemente en los intervalos anteriores.

La relación en peso del al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano varía de 0,1 a 10, preferiblemente de 0,2 a 5, más preferiblemente de 0,25 a 4. En caso de que se use más butilsilano y/o compuesto a base de silano en la dispersión de acuerdo con la invención, se usa el peso total de los mismos para calcular la relación en peso. Para mejorar más la profundidad de penetración de la dispersión en el sustrato a tratar, dicha relación en peso debe ser de al menos 1 (usando uno de los límites superiores descritos anteriormente en este documento), preferiblemente de 1 a 4, más preferiblemente de 3 a 4.

La dispersión comprende agua. La cantidad de agua varía preferiblemente de un 1 a un 60 % en peso, más preferiblemente de un 10 a un 55 % en peso, incluso más preferiblemente de un 30 a un 50 % en peso, en función del peso total de la dispersión.

La dispersión de acuerdo con la invención comprende típicamente al menos un emulsionante. Los emulsionantes también se denominan tensioactivos o agentes humectantes en la técnica. La dispersión de acuerdo con la invención comprende preferiblemente:

D) al menos un emulsionante no iónico.

El emulsionante no iónico preferiblemente no es un emulsionante funcional de silicio tal como el emulsionante funcional de silicio A como se divulga en el documento WO 2006/081891 A1 (véase en particular la página 12, línea 12 a la página 13, línea 9). Los emulsionantes funcionales de silicio no siempre mejoran suficientemente la estabilidad en almacenamiento de la dispersión. Esto fue particularmente sorprendente ya que sobresalen cuando se usa OCTEO y condensados del mismo (en lugar del butilsilano y el compuesto a base de silano como en la dispersión de acuerdo con la invención).

Preferiblemente, el al menos un emulsionante no iónico tiene un valor de HLB que varía de 8 a 13, preferiblemente de 9 a 12, más preferiblemente de 10 a 11.

Preferiblemente, el al menos un emulsionante no iónico está representado por la fórmula (E):



5 en donde

R^{E1} es un grupo alquilo C8-C22;

R^{E2} se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, grupo alquilo, grupo hidroxilo y grupo oxialquilo;

cada E es independientemente un grupo alcanodiilo; y

n es un número entero que varía de 1 a 100.

10 R^{E1} es preferiblemente un grupo alquilo C10-C18, más preferiblemente un grupo alquilo C12-C16. Preferiblemente, R^{E1} es un grupo alquilo ramificado. Mucho más preferiblemente, R^{E1} es un grupo iso-alquilo C13.

15 R^{E2} se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en grupo hidroxilo, grupo oximetilo y grupo metilo. Más preferiblemente, R^{E2} es un grupo hidroxilo.

E se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en grupo 1,2-etanodiilo, grupo 1,2-propanodiilo y grupo 1,3-propanodiilo.

20 n varía preferiblemente de 2 a 10, preferiblemente de 3 a 7, más preferiblemente de 4 a 6.

El al menos un emulsionante no iónico (especialmente el al menos un emulsionante no iónico de acuerdo con la fórmula (E)) mejora ventajosamente la vida útil de la dispersión de acuerdo con la invención. Esta mejora también es notable en comparación con el uso de otros emulsionantes.

25 La cantidad del al menos un emulsionante no iónico varía preferiblemente de un 0,1 a un 10 % en peso, más preferiblemente de un 0,5 a un 5 % en peso, incluso más preferiblemente de un 1,0 a un 2,0 % en peso, en función de la dispersión total. Cantidades mayores del al menos un emulsionante no iónico no aumentan más la vida útil de la dispersión de acuerdo con la invención y, por tanto, solo aumentan el coste, mientras que cantidades menores podrían no ser siempre suficientes para conseguir dicho efecto.

30 La dispersión de acuerdo con la invención comprende preferiblemente al menos un emulsionante aniónico. El al menos un emulsionante aniónico está representado preferiblemente por la fórmula (A)



en donde

R^A es un grupo alquilo C8-C22; y

40 A se selecciona del grupo que consiste en grupo ácido carboxílico, grupo ácido sulfónico (-SO₃H) y grupo ácido fosfónico (-PO₃H₂) o una sal de los mismos.

R^A es preferiblemente un grupo alquilo C10-C18, más preferiblemente un grupo alquilo C12-C16. A es preferiblemente un grupo ácido sulfónico o una sal del mismo.

45 La cantidad del al menos un emulsionante aniónico varía preferiblemente de un 0,1 a un 2 % en peso, más preferiblemente de un 0,2 a un 1 % en peso, incluso más preferiblemente de un 0,3 a un 0,6 % en peso, en función de la dispersión total. Cantidades mayores del al menos un emulsionante aniónico no aumentan más la vida útil de la dispersión de acuerdo con la invención y, por tanto, solo aumentan el coste, mientras que cantidades menores podrían no ser siempre suficientes para conseguir dicho efecto.

50 El al menos un emulsionante aniónico en combinación con el al menos un emulsionante no iónico mejora significativamente la vida útil de la dispersión de acuerdo con la invención. La combinación de al menos un emulsionante no iónico (especialmente uno de acuerdo con la fórmula (E)) y al menos un emulsionante aniónico (especialmente uno de acuerdo con la fórmula (A)) da una estabilidad en almacenamiento potenciada en comparación con el uso de uno de los emulsionantes mencionados en solitario; actúan de forma sinérgica. Por esta razón, la dispersión de acuerdo con la invención comprende preferiblemente al menos un emulsionante no iónico y al menos un emulsionante aniónico. Más preferiblemente, la dispersión de acuerdo con la invención comprende al menos un emulsionante no iónico de acuerdo con la fórmula (E) y al menos un emulsionante aniónico de acuerdo con la fórmula (A). En el último caso, se prefiere que la suma de la cantidad del al menos un emulsionante no iónico de acuerdo con la fórmula (E) y la cantidad del al menos un emulsionante aniónico de acuerdo con la fórmula (A) no exceda un 10,0 % en peso, en función del peso total de la dispersión. Más preferiblemente, la suma no excede un 2,0 % en peso. Sumas mayores de los mismos pueden debilitar, en algunos casos, el efecto hidrófobo provocado por la dispersión de acuerdo con la invención.

65 La dispersión de acuerdo con la invención comprende preferiblemente al menos un conservante. Este conservante mejora ventajosamente la vida útil de la dispersión. Los conservantes adecuados son conocidos en la técnica. La

cantidad del conservante preferido varía preferiblemente de un 0,01 a un 1 % en peso, más preferiblemente de un 0,1 a un 0,3 % en peso, en función del peso total de la dispersión. Los conservantes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en clorometilisotiazolinona (CIT), metilisotiazolinona (MIT) y mezclas de los mencionados anteriormente.

5 La dispersión de acuerdo con la invención comprende preferiblemente al menos un antiespumante. La cantidad del al menos un antiespumante varía preferiblemente de un 0,02 a un 2 % en peso, más preferiblemente de un 0,1 a un 1,0 % en peso, incluso más preferiblemente de un 0,4 a un 0,8 % en peso, en función del peso total de la dispersión. Los antiespumantes son conocidos en la técnica y el experto en la materia puede seleccionar un antiespumante adecuado en función de experimentos rutinarios. Un antiespumante encontrado particularmente adecuado es una
10 mezcla de polímeros inhibidores de espuma y disolventes hidrófobos disponible con el nombre comercial BYK 011 (obtenible de BYK-Chemie GmbH).

Además de los componentes descritos anteriormente en este documento, la dispersión comprende opcionalmente uno o más auxiliares habituales seleccionados de fragancias, inhibidores de corrosión, auxiliares reológicos tales como bentonitas o catalizadores tales como compuestos orgánicos de estaño, titanio o circonio, por ejemplo, dilaurato de dibutilestaño, alcóxidos de titanio o alcóxidos de circonio (por ejemplo, titanato de tetrabutilo). El uno o más auxiliares habituales opcionales pueden estar presentes en cantidades de un 0,005 a un 10 % en peso, en función del peso total de la dispersión.

20 Preferiblemente, la cantidad total de silicatos de alquilo tales como silicato de metilo, silicato de etilo o silicato de propilo es de un 1 % en peso o menos, preferiblemente de un 0,1 % en peso o menos, en función del peso total de la dispersión. De forma ideal, la dispersión está libre de silicatos de alquilo, en particular silicato de metilo, silicato de etilo y silicato de propilo (sin tener en cuenta las impurezas vestigiales presentes ocasionalmente en las materias primas técnicas). En algunos casos, los silicatos de alquilo pueden debilitar los efectos deseados de la dispersión.

25 Preferiblemente, la cantidad total de acrilatos o poliacrilatos, específicamente fluoroacrilato u oligómeros/polímeros derivados de los mismos, en la dispersión de acuerdo con la invención es de un 1 % en peso o menos, preferiblemente de un 0,1 % en peso o menos, en función del peso total de la dispersión. De forma ideal, la dispersión está libre de dichos compuestos (sin tener en cuenta las impurezas vestigiales presentes ocasionalmente en las materias primas técnicas). En algunos casos, los acrilatos o poliacrilatos pueden debilitar los efectos deseados de la dispersión.

30 Preferiblemente, la cantidad total de óxidos metálicos hidrófobos en la dispersión de acuerdo con la invención es de un 1 % en peso o menos, más preferiblemente de un 0,05 % en peso o menos, incluso más preferiblemente de un 0,005 % en peso o menos, en función del peso total de la dispersión. De forma ideal, la dispersión está libre de óxidos metálicos hidrófobos (sin tener en cuenta las impurezas vestigiales presentes ocasionalmente en las materias primas técnicas). Los óxidos metálicos hidrófobos en el contexto de la presente invención son óxidos, hidróxidos y oxohidratos de aluminio, silicio y titanio, especialmente los tratados con un agente hidrófobo como ácidos grasos, alcoholes grasos, silicatos de alquilo o alquilsilanos. Los óxidos metálicos hidrófobos pueden acortar la vida útil de la dispersión de acuerdo con la invención.

40 Preferiblemente, por razones medioambientales y sanitarias, la cantidad total de siloxanos cíclicos en la dispersión de acuerdo con la invención es de un 1 % en peso o menos, más preferiblemente de un 0,05 % en peso o menos, incluso más preferiblemente de un 0,005 % en peso o menos, en función del peso total de la dispersión. De forma ideal, la dispersión está libre de siloxanos cíclicos.

45 Una dispersión en el contexto de la presente invención debe entenderse como un material que comprende más de una fase, donde al menos una de las fases consiste en dominios de fase finamente divididos (la fase dispersada), a menudo en el intervalo de tamaño coloidal, dispersados por toda una fase continua.

50 La fase continua y la dispersada son preferiblemente líquidos (a 20 °C) y, por lo tanto, la dispersión de acuerdo con la invención es preferiblemente una emulsión, más preferiblemente una dispersión de aceite en agua. El al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano están presentes en la fase oleosa de la dispersión de acuerdo con la invención.

55 La anchura de la distribución de tamaños de gota, expresada como el tramo D:

$$D = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$$

60 en la dispersión de acuerdo con la invención varía preferiblemente de 0,9 a 1,15, más preferiblemente D varía de 1,05 a 1,15. Las dispersiones que tienen dichas distribuciones de tamaños de gota son particularmente estables en almacenamiento.

65 El valor de pH de la dispersión puede ajustarse mediante al menos un ajustador del pH opcional. El al menos un ajustador del pH opcional es una base o un ácido dependiendo del valor de pH deseado de la dispersión. Ácidos adecuados son, entre otros, ácidos inorgánicos y orgánicos, de los que se prefieren los orgánicos. Un ácido inorgánico

- 5 útil es ácido clorhídrico. Los ácidos orgánicos preferibles son ácido fórmico y ácido acético. Bases adecuadas son, entre otras, hidróxidos alcalinos tales como hidróxido de sodio, hidróxidos alcalinotérreos y carbonatos de hidrógeno tales como NaHCO_3 . Los compuestos que tienen grupos amino libres (es decir, aminas, pero también silanos y siloxanos que contienen grupos amino) son menos preferidos ya que podrían catalizar una reacción de hidrólisis/condensación no deseada de los componentes A) y B) en la dispersión y, de ese modo, podrían acortar la vida útil de la dispersión. Por esta razón, se prefiere que la cantidad máxima de compuestos que tienen grupos amino libres sea de un 1 % en peso, preferiblemente, de un 0,05 % en peso; de forma ideal, la dispersión de acuerdo con la invención está libre de dichos compuestos.
- 10 El valor de pH de la dispersión varía preferiblemente de 4,0 a 9,2, más preferiblemente de 6,0 a 8,0, incluso más preferiblemente de 7,0 a 8,5. El valor de pH se mide de acuerdo con DIN EN ISO 10523 (2012). El al menos un ajustador del pH opcional se usa preferiblemente en una cantidad necesaria para ajustar el valor de pH de acuerdo con los intervalos anteriores.
- 15 En una realización preferida de la presente invención, la dispersión de acuerdo con la invención comprende (o consiste en)
- 20 A) al menos un butilsilano;
B) al menos un compuesto a base de silano que comprende al menos dos componentes básicos representados por la fórmula (P);
C) agua;
D) al menos un emulsionante no iónico;
E) al menos un emulsionante aniónico;
25 F) preferiblemente, al menos un conservante;
G) preferiblemente, al menos un antiespumante;
H) opcionalmente, al menos un ajustador del pH; y
I) opcionalmente, uno o más auxiliares habituales descritos anteriormente.
- 30 Las preferencias y detalles relativos a la dispersión de acuerdo con la invención descrita anteriormente en este documento se aplican *mutatis mutandis* a esta realización preferida de la misma. Esto incluye, en particular, las cantidades y relaciones de los componentes de la dispersión.
- 35 La dispersión de acuerdo con la invención se usa preferiblemente para tratar una superficie de un sustrato (mineral), preferiblemente una superficie de un sustrato descrito a continuación en este documento. El uso de la dispersión de acuerdo con la invención sobre dicha superficie la hace hidrófoba y reduce la absorción de agua del sustrato.
- La presente invención se refiere en otro aspecto a un método de preparación de la dispersión de acuerdo con la invención, que comprende las etapas del método
- 40 A1) proporcionar una fase acuosa que comprende agua;
A2) proporcionar el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano;
A3) mezclar la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano; y
A4) aplicar una primera fase de presión y una segunda fase de presión sobre la mezcla de la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano en un homogeneizador de alta presión.
- 45 Llevando a cabo el método de la invención, se obtiene la dispersión de acuerdo con la invención.
- 50 El método de acuerdo con la invención comprende las etapas del método A1) a A4). Las etapas del método A3) y A4) se llevan a cabo en el orden dado. Si se desea, puede invertirse el orden de las etapas del método A1) y A2). En cualquier caso, las etapas del método A1) y A2) se realizan antes de las etapas del método A3) y A4). El método de acuerdo con la invención comprende opcionalmente otras etapas del método que deben llevarse a cabo antes, después y/o entre dichas etapas del método.
- 55 El método de acuerdo con la invención permite la preparación fácil de dispersiones estables en almacenamiento que comprenden butilsilanos, lo que antes no era posible.
- 60 En la etapa del método A1), se proporciona la fase acuosa que comprende agua. Si la fase acuosa debe comprender otros componentes (distintos del agua), se mezclan con el agua y, de forma ideal, se disuelven en la misma o, al menos, se mezclan con agua hasta obtener una fase homogénea, por ejemplo, agitando. Los posibles componentes presentes en la fase acuosa son el al menos un emulsionante no iónico, el al menos un emulsionante aniónico, el al menos un conservante, el al menos un antiespumante y el al menos un ajustador del pH.
- 65 En la etapa del método A2), se proporciona el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano. Opcionalmente, el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano se mezclan y se añaden a dicha mezcla otros componentes solubles o miscibles con los mismos. Preferiblemente, el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano no se mezclan y la mezcla tiene lugar en la siguiente etapa del método A3)

para ahorrar tiempo.

5 En la etapa del método A3), se mezcla la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano. Mezclar significa en este contexto que las dos fases al menos se ponen en contacto entre sí. Preferiblemente, se mezclan (por ejemplo, por agitación) en el homogeneizador de alta presión usado en la etapa del método A4).

10 La duración de la etapa del método A3) varía preferiblemente de 15 a 60 minutos, más preferiblemente de 20 a 40 minutos, incluso más preferiblemente de 25 a 35 minutos.

La temperatura no está particularmente limitada durante la etapa del método A3). Preferiblemente, la temperatura (de la mezcla) usada en la etapa del método A3) varía preferiblemente de 1 a 8 °C, más preferiblemente de 3 a 5 °C, incluso más preferiblemente de 4 a 6 °C.

15 En la etapa del método A4), la mezcla de la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano (obtenida en la etapa del método A3)) se trata en un homogeneizador de alta presión. Los homogeneizadores de alta presión son herramientas habituales para preparar dispersiones. Dichos homogeneizadores pueden obtenerse, por ejemplo, de APV Gaulin GmbH, Lübeck. Un homogeneizador particularmente adecuado está disponible con el nombre comercial APV Gaulin 15 de la empresa anterior. En el
20 homogeneizador de alta presión, el ajuste y la notificación de la o las presiones implica el ajuste mecánico de la anchura de las boquillas o de la o las separaciones entre las boquillas. El homogeneizador de alta presión comprende preferiblemente al menos dos boquillas o separaciones entre boquillas, de modo que puedan establecerse una primera y una segunda fase de presión. Una primera fase de presión y una segunda fase de presión se aplican en dicho
25 homogeneizador de alta presión sobre la mezcla de la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano.

La presión usada en la primera fase de presión varía preferiblemente de 5 a 50 MPa, más preferiblemente de 10 a 40 MPa, incluso más preferiblemente de 25 a 35 MPa. La presión usada en la segunda fase de presión varía
30 preferiblemente de 1 a 10 MPa, más preferiblemente de 2 a 5 MPa, incluso más preferiblemente de 2,5 a 4 MPa.

La duración de la etapa del método A4) varía de 5 a 30 minutos, preferiblemente de 10 a 20 minutos, más preferiblemente de 14 a 16 minutos.

35 La temperatura (de dicha mezcla) usada en la etapa del método A4) varía preferiblemente de 1 a 8 °C, más preferiblemente de 3 a 5 °C, incluso más preferiblemente de 4 a 6 °C. Dichos intervalos de temperatura durante la homogeneización en la etapa del método A4) mejoran más la estabilidad en almacenamiento de la dispersión resultante.

40 En general, es preferible evitar la agitación de aire en las mezclas/fases durante el método de acuerdo con la invención, especialmente en las etapas del método A1) y/o A2). El aire en las mezclas/fases puede dar lugar a un aumento indeseado de las interfases que se forman, provocando dicho aumento la necesidad de emplear mayores cantidades de emulsionantes, lo que, a su vez, puede empeorar las propiedades hidrófobas de los sustratos tratados.

45 La presente invención se refiere además a una dispersión obtenida por el método de la invención de preparación de una dispersión. La dispersión obtenida de este modo se almacena preferiblemente a temperatura ambiente (es decir, 20 °C).

50 En otro aspecto, la presente invención se refiere a un método para tratar una superficie de un sustrato (mineral) que comprende las etapas del método

B1) proporcionar el sustrato que tiene la superficie; y
B2) tratar la superficie del sustrato con la dispersión de acuerdo con la invención;
de modo que se obtenga una superficie tratada.

55 El método de acuerdo con la invención reduce significativamente la absorción de agua de un sustrato tratado. El tratamiento del método de acuerdo con la invención hace ventajosamente que la superficie tratada sea hidrófoba.

60 El método de acuerdo con la invención comprende las etapas del método B1) y B2). Estas etapas del método se llevan a cabo en el orden indicado. El método de acuerdo con la invención comprende opcionalmente otras etapas del método que deben llevarse a cabo antes, después y/o entre dichas etapas del método.

65 En la etapa del método B1) del método de acuerdo con la invención, se proporciona un sustrato que comprende una superficie. El sustrato es preferiblemente un sustrato mineral (poroso), dicho sustrato mineral preferiblemente comprende o más preferiblemente consiste en al menos un material mineral seleccionado del grupo que consiste en hormigón, piedra caliza, arenisca, terracota, mármol, marga, cemento, granito, arena, esquisto, piedra artificial, yeso, arcilla y mezclas de los mencionados anteriormente.

Opcionalmente, el sustrato (mineral) está en forma de ladrillos, baldosas, escoria, tejas, placas de fibrocemento o artículos similares usados en la industria de la edificación/construcción.

5 Preferiblemente, el sustrato mineral comprende al menos una fibra, más preferiblemente una pluralidad de fibras. Incluso más preferiblemente, el sustrato mineral es un cemento reforzado con fibras. Las fibras preferibles se seleccionan del grupo que consiste en fibras de carbono, fibras de celulosa, fibras de vidrio (resistentes a los álcalis), fibras de alcohol polivinílico (insolubles en agua), fibras de homopoliacrilonitrilo y mezclas de las mencionadas anteriormente.

10

El método comprende opcionalmente una etapa del método adicional

B1.i) pretratar la superficie del sustrato.

15 La etapa del método B1.i) debe realizarse entre las etapas del método B1) y B2). Los pretratamientos son conocidos en la técnica e incluyen, entre otros, limpieza de la superficie (por ejemplo, con una solución acuosa que comprende un tensioactivo), pulido químico (por ejemplo, con una solución acuosa que comprende un oxidante y/o una sustancia abrasiva tal como sílice), limpieza a alta presión o con vapor de agua o cepillado abrasivo de la superficie y similares. La etapa del método B1.i) tiene por objeto hacer que la superficie sea más receptiva para el tratamiento con la dispersión de acuerdo con la invención en la etapa del método B2).

20

En la etapa del método B2) de acuerdo con la invención, la superficie del sustrato se trata con la dispersión de acuerdo con la invención.

25 La temperatura de la dispersión de acuerdo con la invención en la etapa del método varía preferiblemente de 5 a 50 °C, más preferiblemente de 10 a 40 °C, incluso más preferiblemente de 15 a 25 °C.

30 La cantidad de aplicación de la dispersión de acuerdo con la invención sobre la superficie del sustrato en la etapa del método B2) depende, entre otras cosas, de la capacidad de absorción del sustrato. Preferiblemente varía de 50 a 800 g/m², más preferiblemente de 100 a 500 g/m², incluso más preferiblemente de 200 a 350 g/m².

35

Los medios de aplicación en la etapa del método B2) no están particularmente limitados. La superficie del sustrato puede tratarse con la dispersión de acuerdo con la invención mediante pulverización, inmersión, cepillado e inundación. Se da preferencia a aplicaciones por pulverización, por ejemplo, con un equipo sin aire.

40

El método de acuerdo con la invención comprende además opcionalmente la etapa del método c) a incluir después de la etapa del método B2)

c) secar el sustrato.

45

El sustrato se seca preferiblemente a una temperatura de 10 °C hasta una temperatura de 80 °C. Por razones de ahorro de energía, se da preferencia al secado del sustrato a temperatura ambiente (típicamente alrededor de 20 °C). El secado se prosigue preferiblemente hasta que se hayan eliminado por evaporación todos los componentes volátiles de la dispersión de acuerdo con la invención. Si es necesario, pueden usarse medios convencionales de secado sin restricciones, tales como hornos.

50

La presente invención se refiere además a un artículo (tratado) que comprende
i) un sustrato que tiene al menos una superficie, preferiblemente un sustrato mineral, más preferiblemente el sustrato mineral se selecciona del grupo que consiste en hormigón, piedra caliza, arenisca, terracota, mármol, marga, cemento, granito, arena, esquisto, piedra artificial, yeso, arcilla y mezclas de los mencionados anteriormente; y
ii) al menos una capa obtenida al tratar el sustrato con la dispersión de acuerdo con la invención.

55

La capa en el contexto de la presente invención debe entenderse que abarca cualquier tipo de tratamiento superficial estructural de la superficie del sustrato. Incluye específicamente el tratamiento de cualquier poro presente en la superficie. La capa obtenida al tratar el sustrato con la dispersión de acuerdo con la invención está presente preferiblemente en la superficie del sustrato. Está preferiblemente sobre la superficie directamente del sustrato.

60

La presente invención se refiere además a una estructura (de construcción) que comprende al menos un artículo como se describe anteriormente en este documento. Dicha estructura es preferiblemente artificial. Estructuras ejemplares en el contexto de la presente invención son edificios y construcciones tales como paredes, suelos, puentes, túneles, puertos (en particular instalaciones portuarias y muelles) y calles. Las estructuras se fabrican, por ejemplo, con uno o más de los artículos de acuerdo con la invención.

65

La invención se ilustrará ahora por referencia a los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

Se usaron productos comerciales como se describe en la hoja de datos técnicos disponible en la fecha de presentación de esta memoria descriptiva, salvo que se indique lo contrario a continuación en este documento.

El tamaño promedio de las gotas y la anchura de la distribución pueden determinarse usando un analizador de tamaños de partícula Coulter® LS, representándose, si es necesario, la distribución de los tamaños de gota gráficamente trazando el porcentaje en volumen de las gotas frente al diámetro de las gotas (esto preferiblemente a una escala logarítmica). En el caso de una distribución monomodal, la curva tiene un máximo, y en el caso de una distribución bimodal, tiene dos máximos. Si la posición del máximo de dicha curva de distribución se presenta a continuación en μm , este valor presentado se refiere, en el caso de una distribución bimodal o multimodal, al primer máximo que tiene el diámetro de gota más pequeño.

Ejemplo de dispersión 1 (de acuerdo con la invención):

Composición de la dispersión:

cantidad [% en peso]	compuesto	función
47,88	agua	
10,0	<i>iso</i> -butiltrietoxisilano	butilsilano
40,0	oligómero de <i>n</i> -propiltrietoxisilano que tiene un grado de oligomerización de 3 a 8	compuesto a base de silano
1,4	emulsionante no iónico a base de <i>iso</i> -alcohol C13 saturado	emulsionante no iónico
0,45	laurilsulfato de sodio	emulsionante aniónico
0,2	CIT/MIT	conservante
0,07	NaHCO ₃	ajustador de pH

*) CIT = clorometilisotiazolinona, MIT = metilisotiazolinona

La fase acuosa se preparó disolviendo laurilsulfato de sodio, el emulsionante no iónico, el conservante y el ajustador de pH en agua (etapa del método A1)). Para ello, se agitó la mezcla de 5 a 10 minutos a temperatura ambiente. A continuación, se preparó la fase oleosa mezclando cuidadosamente el butilsilano y el compuesto a base de silano para evitar la entrada de aire (etapa del método A2)). Posteriormente, las dos fases se mezclaron en un homogeneizador de alta presión (APV Gaulin 15, etapa del método A3)) durante 30 minutos y se expusieron a una primera fase de presión de 15 MPa y a una segunda etapa de presión que empleaba 3 MPa (etapa del método A4)) durante 15 minutos.

La dispersión resultante era una emulsión de aceite en agua y estable durante más de 12 meses a temperatura ambiente. La estabilidad en almacenamiento de una muestra diluida en agua también demostró ser buena.

La dispersión tenía la siguiente distribución de tamaños de gota:

tamaño medio de gota de 0,27 micrómetros, posición del máximo de la curva de distribución de tamaños de gota en 0,30 micrómetros, $d_{90} = 0,41$ micrómetros, $d_{50} = 0,30$ micrómetros, $d_{10} = 0,07$ micrómetros. El tramo D era de 1,13.

Ejemplo de dispersión 2 (de acuerdo con la invención):

Composición de la dispersión:

cantidad [% en peso]	compuesto	función
47,88	agua	
40,0	<i>iso</i> -butiltrietoxisilano	butilsilano
10,0	oligómero de <i>n</i> -propiltrietoxisilano que tiene un grado de oligomerización de 3 a 8	compuesto a base de silano
1,4	emulsionante no iónico a base de <i>iso</i> -alcohol C13 saturado	emulsionante no iónico
0,45	laurilsulfato de sodio	emulsionante aniónico
0,2	CIT/MIT	conservante
0,07	NaHCO ₃	ajustador de pH

La dispersión se preparó de la misma manera que la descrita para el ejemplo 1.

La dispersión tenía la siguiente distribución de tamaños de gota:

tamaño medio de gota de 0,15 micrómetros, posición del máximo de la curva de distribución de tamaños de gota en 0,14 micrómetros, $d_{90} = 0,23$ micrómetros, $d_{50} = 0,14$ micrómetros, $d_{10} = 0,08$ micrómetros. El tramo D era de 1,06.

La dispersión resultante era una emulsión de aceite en agua y estable durante más de 12 meses a temperatura ambiente. La estabilidad en almacenamiento de una muestra diluida con agua (1 parte en peso de la dispersión y 1,5

partes en peso de agua) también demostró ser buena.

Ejemplo de dispersión 3 (ejemplo comparativo)

5 Composición de la dispersión:

cantidad [% en peso]	compuesto
49,9	agua
42,7	octiltriétoxisilano
4,8	<i>n</i> -octiltriétoxisiloxano
0,9	emulsionante funcional de silicio A (véase el documento WO 2006/081891 A1, página 12, línea 12 a página 13, línea 9)
0,63	laurilsulfato de sodio
0,8	aditivo de desprendimiento (organopolisiloxano reactivo)
0,2	CIT/MIT
0,07	NaHCO ₃

10 La fase acuosa se preparó disolviendo laurilsulfato de sodio, el emulsionante funcional de silicio A, el aditivo de desprendimiento, el conservante y NaHCO₃ en agua. Para ello, se agitó la mezcla de 5 a 10 minutos a temperatura ambiente. A continuación, se preparó la fase oleosa mezclando cuidadosamente octiltriétoxisiloxano y octiltriétoxisilano para evitar la entrada de aire. Posteriormente, las dos fases se combinaron en un homogeneizador de alta presión (APV Gaulin 15). En una primera fase de presión, se aplicó una presión de 15 MPa, en una segunda fase de presión una presión de 3 MPa. El tiempo de emulsión fue en total de 45 minutos.

15 La dispersión resultante fue estable durante más de 12 meses a temperatura ambiente. La estabilidad en almacenamiento de una muestra diluida con agua (1 parte en peso de la dispersión y 1,5 partes en peso de agua) también demostró ser buena.

20 La dispersión tenía la siguiente distribución de tamaños de gota:
tamaño medio de gota de = 0,27 micrómetros, posición del máximo de la curva de distribución de tamaños de gota en 0,27 micrómetros, d_{90} = 0,35 micrómetros, d_{50} = 0,26 micrómetros, d_{10} = 0,19 micrómetros. El tramo D era de 0,61.

Ejemplo de dispersión 4 (ejemplo comparativo)

25 Composición de la dispersión:

cantidad [% en peso]	compuesto
57,88	agua
30,0	octiltriétoxisilano
10,0	oligómero de <i>n</i> -propiltriétoxisilano que tiene un grado de oligomerización de 3 a 8
1,4	emulsionante no iónico a base de <i>iso</i> -alcohol C13 saturado
0,45	laurilsulfato de sodio
0,2	CIT/MIT
0,07	NaHCO ₃

30 La fase acuosa se preparó disolviendo laurilsulfato de sodio, el emulsionante no iónico a base de *iso*-alcohol C13 saturado, el conservante y NaHCO₃ en agua. Para ello, se agitó la mezcla de 5 a 10 minutos a temperatura ambiente. A continuación, se preparó la fase oleosa mezclando cuidadosamente el octiltriétoxisilano y el oligómero de *n*-propiltriétoxisilano para evitar la entrada de aire. Posteriormente, las dos fases se combinaron en un homogeneizador de alta presión (APV Gaulin 15). En una primera fase de presión, se aplicó una presión de 15 MPa, en una segunda fase de presión una presión de 3 MPa. El tiempo de emulsión fue en total de 45 minutos.

35 La dispersión resultante fue estable durante más de 12 meses a temperatura ambiente. La estabilidad en almacenamiento de una muestra diluida con agua (1 parte en peso de la dispersión y 1 parte en peso de agua) también demostró ser buena.

40 La dispersión tenía la siguiente distribución de tamaños de gota:
tamaño medio de gota de 0,33 micrómetros, posición del máximo de la curva de distribución de tamaños de gota en 0,32 micrómetros, d_{90} = 0,44 micrómetros, d_{50} = 0,33 micrómetros, d_{10} = 0,23 micrómetros. El tramo D era de 0,65.

Ejemplo de dispersión 5 (ejemplo comparativo basado en el ejemplo 3 del documento EP 1 843 991)

45 Composición de la dispersión:

cantidad [% en peso]	compuesto
47,33	agua
40,0	propiltrióxosilano
10,0	oligómero de <i>n</i> -propiltrióxosilano que tiene un grado de oligomerización de 3 a 8
0,96	emulsionante funcional de silicio
0,64	laurilsulfato de sodio
0,8	aditivo de desprendimiento (organopolisiloxano reactivo)
0,2	CIT/MIT
0,07	NaHCO ₃

5 La fase acuosa se preparó disolviendo laurilsulfato de sodio, el emulsionante funcional de silicio, el aditivo de desprendimiento, el conservante y NaHCO₃ en agua. Para ello, se agitó la mezcla de 5 a 10 minutos a temperatura ambiente. A continuación, se preparó la fase oleosa mezclando cuidadosamente el propiltrióxosilano y el oligómero de *n*-propiltrióxosilano para evitar la entrada de aire. Posteriormente, las dos fases se combinaron en un homogeneizador de alta presión (APV Gaulin 15). En una primera fase de presión, se aplicó una presión de 15 MPa, en una segunda fase de presión una presión de 3 MPa. El tiempo de emulsión fue en total de 45 minutos.

10 La dispersión resultante carecía de estabilidad en almacenamiento y la separación de fases se produjo en 4 días cuando se almacenó a 60 °C y 40 °C, respectivamente. Al almacenarse a temperatura ambiente, las fases de la dispersión se separaron en 31 días.

Ejemplos de aplicación

15 Se usaron probetas de hormigón como sustratos en los siguientes ejemplos de aplicación.

20 Los ejemplos de dispersión 1 a 5 se diluyeron con agua hasta un contenido activo de un 20 % antes de la aplicación. El contenido activo se calcula en función de la cantidad total de compuestos de silicio usados en los ejemplos de dispersión. Los compuestos de silicio en este contexto son el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano, pero también propiltrióxosilano y *n*-octiltrióxosilano y los respectivos oligómeros de los mismos usados en los ejemplos comparativos. Después de esto, tienen que diluirse 40 g del ejemplo de dispersión 1 (que tiene un contenido activo de un 50 %) con 60 g de agua para dar una dispersión diluida que tiene un contenido activo de un 20 %.

25 Las dispersiones diluidas de este modo se aplicaron sobre las probetas sumergiendo las últimas en las dispersiones diluidas y dejando secar las muestras tratadas a temperatura ambiente. La cantidad de aplicación se determinó pesando las probetas antes y después del tratamiento.

30 Las probetas tratadas de este modo se secaron durante 14 días (a temperatura ambiente, es decir, 20 °C) antes de realizar los siguientes ensayos:

35 1) Reducción de absorción de agua: Las propiedades hidrófobas se expresaron mediante la reducción de la absorción de agua de las dispersiones individuales. Para ello, se trataron cubos de hormigón de una longitud de arista de 5 cm con la cantidad especificada de las dispersiones por inmersión. Tras el secado (véase anteriormente), los cubos tratados se almacenaron completamente sumergidos durante 24 horas. Las gotas de agua adheridas se retiraron cuidadosamente con un paño de celulosa. A continuación se midió el aumento de peso. La reducción en la absorción de agua (también denominada captación de agua en la técnica), basada en DIN EN 13580, se comparó con la de un cubo no tratado.

40 2) Profundidad de penetración: Para determinar la profundidad de penetración, las probetas tratadas se rompieron en dos trozos y las superficies de fractura se humedecieron con un sistema de color acuoso (0,05 % en peso de azul de metileno en agua). La zona no impregnada se coloreó, mientras que la zona impregnada permaneció incolora. La anchura de la superficie tratada hasta la superficie límite del color se midió en ocho puntos diferentes del cuerpo de la probeta, lo que permitió calcular la profundidad (promedio) de penetración (en mm).

45 Los resultados se muestran en la tabla a continuación.

Tabla 1: resultados.

n.º	sustrato	Ejemplo	cantidad de aplicación [g/m ²]	reducción de la absorción de agua [%]	profundidad de penetración [mm]
n.º 1	hormigón	Ejemplo 1	200	95,0	1,7
n.º 2	hormigón	Ejemplo 2	200	95,0	3,1
n.º 3	hormigón	Ejemplo 3	204	93,2	2,0
n.º 4	hormigón	Ejemplo 4	213	92,0	1,8
n.º 5	hormigón	Ejemplo 5	200	82,3	2,0

5 Los ejemplos de la invención 1 y 2 mostraron una reducción mejorada de la absorción de agua en comparación con todas las soluciones de la técnica anterior. Además, los ejemplos de la invención están libres de octiltrietoxisilano, que es tóxico para los organismos acuáticos y, por lo tanto, son ecológicos. El sustrato tratado con el ejemplo de dispersión 2 mostró una profundidad de penetración superior. Esto se debe a la relación de peso favorable del al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano usados en el ejemplo de dispersión 2.

10 Otras realizaciones de la presente invención serán evidentes para los expertos en la materia al considerar esta memoria descriptiva o de la práctica de la invención descrita en este documento. Se pretende que la memoria descriptiva y los ejemplos se consideren ejemplares únicamente, estando definido el verdadero alcance de la invención por las siguientes reivindicaciones únicamente.

REIVINDICACIONES

1. Una dispersión para tratar una superficie de un sustrato, que comprende

5 A) al menos un butilsilano seleccionado del grupo formado por *iso*-butiltrialcoxisilano y *n*-butiltrialcoxisilano;

B) al menos un compuesto a base de silano que comprende al menos dos componentes básicos representados por la fórmula (P)



en donde

R^{p1} se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, grupo alquilo y grupo arilo,

15 R^{p2} se selecciona del grupo que consiste en un grupo alquilo C3-C18 y un grupo alquenoilo,

p se selecciona de 0, 1 y 2; y

C) agua.

2. La dispersión de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que** comprende:

20 D) al menos un emulsionante no iónico.

3. La dispersión de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizada por que** el al menos un emulsionante no iónico está representado por la fórmula (E):



en donde

R^{E1} es un grupo alquilo C8-C22;

30 R^{E2} se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno, grupo alquilo, grupo hidroxilo y grupo oxialquilo;

cada E es independientemente un grupo alcanodiilo; y

n es un número entero que varía de 1 a 100.

4. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** el al menos un compuesto a base de silano comprende de 2 a 40, preferiblemente de 2 a 20, más preferiblemente de 2 a 8 componentes básicos de acuerdo con la fórmula (P).

35

5. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** el butilsilano es un *iso*-butiltrialcoxisilano, preferiblemente *iso*-butiltritoxisilano.

40 6. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la cantidad del al menos un compuesto a base de silano varía de un 1 a un 60 % en peso, preferiblemente de un 5 a un 50 % en peso, más preferiblemente de un 10 a un 40 % en peso, en función del peso total de la dispersión.

45 7. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la cantidad del al menos un butilsilano varía de un 1 a un 60 % en peso, preferiblemente de un 5 a un 50 % en peso, más preferiblemente de un 10 a un 40 % en peso, en función del peso total de la dispersión.

50 8. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la relación de peso del al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano varía de 0,1 a 10, preferiblemente de 0,2 a 5, más preferiblemente de 0,25 a 4.

55 9. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la cantidad del al menos un emulsionante no iónico varía de un 0,1 a un 10 % en peso, preferiblemente de un 0,5 a un 5 % en peso, más preferiblemente de un 1,0 a un 2,0 % en peso, en función de la dispersión total.

10. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la cantidad de agua varía de un 1 a un 60 % en peso, preferiblemente de un 10 a un 55 % en peso, más preferiblemente de un 30 a un 50 % en peso, en función del peso total de la dispersión.

60 11. La dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada por que** la dispersión comprende al menos un emulsionante aniónico, preferiblemente representado por la fórmula (A)



en donde

R^A es un grupo alquilo C8-C22; y

A se selecciona del grupo que consiste en grupo ácido carboxílico, grupo ácido sulfónico y grupo ácido fosfónico o una sal de los mismos.

- 5 12. Un método de preparación de la dispersión de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que comprende las etapas del método
- 10 A1) proporcionar una fase acuosa que comprende agua;
A2) proporcionar el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano;
A3) mezclar la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano; y
A4) aplicar una primera fase de presión y una segunda fase de presión sobre la mezcla de la fase acuosa y el al menos un butilsilano y el al menos un compuesto a base de silano en un homogeneizador de alta presión.
- 15 13. Una dispersión obtenida por el método de acuerdo con la reivindicación 12.
14. Un método para tratar una superficie de un sustrato, que comprende las etapas del método
- 20 B1) proporcionar el sustrato que tiene la superficie;
B2) tratar la superficie del sustrato con la dispersión de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 11 o 13; de modo que se obtenga una superficie tratada.
15. Un artículo que comprende
- 25 i) un sustrato que tiene al menos una superficie, preferiblemente un sustrato mineral, más preferiblemente el sustrato mineral se selecciona del grupo que consiste en hormigón, piedra caliza, arenisca, terracota, mármol, marga, cemento, granito, arena, esquisto, piedra artificial, yeso, arcilla y mezclas de los mencionados anteriormente; y
ii) al menos una capa obtenida al tratar el sustrato con la dispersión de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 11 o 13.