

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 692 776**

51 Int. Cl.:

**D06N 3/12**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.07.2003 PCT/FR2003/002317**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.02.2004 WO04013403**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.07.2003 E 03750833 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 1525351**

54 Título: **Procedimiento para el tratamiento por impregnación de textiles arquitectónicos con una composición de silicona reticulable en elastómeros**

30 Prioridad:

**30.07.2002 FR 0209673**

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

**05.12.2018**

73 Titular/es:

**TISSAGE ET ENDUCTION SERGE FERRARI SA  
(100.0%)**

**Zone Industrielle de la Tour du Pin  
38110 Saint Jean de Soudain, FR**

72 Inventor/es:

**MARTIN, GÉRALDINE y  
PERILLON, JEAN-LUC**

74 Agente/Representante:

**VEIGA SERRANO, Mikel**

**ES 2 692 776 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

Procedimiento para el tratamiento por impregnación de textiles arquitectónicos con una composición de silicona reticulable en elastómeros

5

### Sector de la técnica

La invención se refiere al tratamiento de materiales fibrosos (en particular soportes flexibles tales como soportes de tejidos o soportes no tejidos), con una composición de silicona elastomérica vulcanizable por hidrosililación (poliadición), especialmente del tipo biocomponente (referido como RTV-2).

10

Más específicamente, la invención se refiere a la producción de membranas de silicona arquitectónicas obtenidas por impregnación de un textil arquitectónico, en particular, pero no limitado a, un tejido de vidrio o a un tejido de fibra sintética tal como un poliéster, por medio de la composición de silicona, en particular del tipo RTV2 mencionada anteriormente.

15

La invención también se refiere a membranas de silicona arquitectónicas obtenidas por impregnación de un textil arquitectónico, en particular, pero sin limitarse a, un tejido de vidrio, por medio de la composición de silicona, específicamente del tipo RTV2 mencionada anteriormente.

20

### Estado de la técnica

Por "textil arquitectónico", se entiende un tejido o no tejido y, más generalmente, cualquier soporte fibroso destinado después del recubrimiento a la fabricación de:

25

- refugios, estructuras móviles, construcciones textiles, tabiques, puertas flexibles, lonas, tiendas de campaña, stands o carpas,
- muebles, recubrimientos, pantallas de publicidad, cortavientos o paneles de filtro;
- protecciones solares, techos y persianas.

30

El tratamiento de textiles arquitectónicos, utilizando composiciones de silicona líquidas reticulables en elastómeros, se lleva a cabo convencionalmente por revestimiento o por impregnación, cuando las composiciones son emulsiones o soluciones.

35

El recubrimiento de silicona se define como la acción de recubrir un textil, utilizando una composición de silicona líquida reticulable, y luego reticular la película recubierta sobre el soporte, con el fin de producir un revestimiento destinado en particular a protegerlo, a conferirle cualidades particulares, por ejemplo, a conferirle características de hidrofobicidad/oleofobia, impermeabilización o propiedades mecánicas mejoradas o incluso para modificar el aspecto.

40

La impregnación se define, a su vez, como la acción de penetrar un líquido muy fluido a base de silicona reticulable en el interior de un soporte fibroso (penetración en el centro) y luego reticular la silicona para conferir al textil las propiedades del tipo mencionadas anteriormente.

45

En la práctica, los recubrimientos de elastómeros de silicona en textiles arquitectónicos presentan numerosas ventajas relacionadas con las características intrínsecas de las siliconas. Estos materiales compuestos presentan en particular una buena flexibilidad, una buena resistencia mecánica y un comportamiento frente al fuego mejorado. Además, a diferencia de los elastómeros tradicionales, las siliconas les confieren, entre otras cosas, una protección adecuada debido a su hidrofobicidad y a su excelente resistencia a las agresiones químicas, térmicas y climáticas, así como a una larga vida útil. Sin embargo, en el campo emergente de los materiales compuestos de silicona para la arquitectura textil, el modo de deposición de siliconas por recubrimiento puede presentar inconvenientes. De hecho, los tejidos arquitectónicos expuestos al mal tiempo no deben presentar ningún efecto de ascenso capilar desde los bordes, lo que afectaría su estética y a su vida útil. No obstante, el recubrimiento no representa una técnica eficaz para la protección de materiales fibrosos frente al fenómeno de ascenso capilar.

50

Para superar esto, a priori era concebible recurrir a la técnica de impregnación de textiles, por medio de composiciones de silicona líquidas, por ejemplo de tipo RTV-2, reticulables en elastómeros.

55

Hasta ahora, sin embargo, las únicas composiciones de silicona líquidas conocidas para realizar impregnaciones de textiles son soluciones o emulsiones de silicona fluidas.

60

De hecho, antes de la invención existía un prejuicio técnico de acuerdo con el cual las composiciones de silicona líquidas constituidas por aceites de silicona, por ejemplo del tipo RTV-2, no podían usarse para la impregnación de textiles.

65

A modo de ilustración, se puede mencionar el documento EP0646672A1 que divulga un tejido recubierto destinado a

la fabricación de bolsas de aire "airbag". La composición de silicona líquida de recubrimiento, reticulable en elastómeros por poliadición, se obtiene mezclando una parte A y una parte B. Esta composición de silicona de recubrimiento comprende 50 % en peso de sílice pirogénica, 25 % en peso de un polidimetilsiloxano con extremos vinilo con una viscosidad de 20.000 mPa.s, aproximadamente 12 % en peso de un polidimetilsiloxano con extremos vinilo con una viscosidad de 40.000 mPa.s, 9,5 % en peso de hidrato de aluminio, 3 % en peso de un metilhidrogenopolisiloxano con una viscosidad de 50 mPa.s, 0,07 % de etilciclohexanol y 0,073 % en peso de platino con catalizador y opcionalmente un promotor de la adhesión a base de epoxialcoxilano y/o vinil trimetoxisilano. La viscosidad de la composición de silicona de revestimiento A + B de acuerdo con D1 es muy superior a 7.000 mPa.s a 25 °C, lo que la hace inadecuada para la impregnación de textiles.

## Objeto de la invención

Pese a ello, los inventores trataron de desarrollar un procedimiento de tratamiento al menos por impregnación de textiles arquitectónicos, mediante la aplicación de una composición de silicona líquida a base de aceite(s), reticulable en elastómeros, dicho procedimiento debe tener, en particular, especificaciones para permitir la obtención de textiles arquitectónicos tratados en el centro y en la superficie de manera que presente propiedades mejoradas en términos de refuerzo mecánico, hidrofugación, impermeabilización, apariencia, ignifugación y, sobre todo, resistencia al ascenso capilar.

Otro objetivo abarcado por los inventores es la fabricación de membranas de silicona arquitectónicas formadas por materiales compuestos a base de textiles arquitectónicos y silicona, cuyas membranas tienen buenas propiedades mecánicas y de resistencia al ascenso capilar, estos materiales compuestos son capaces de ser producidos por impregnación de acuerdo con el procedimiento de la invención.

Estos objetivos, entre otros, se han alcanzado por los inventores que han descubierto, de manera bastante sorprendente, y a pesar del prejuicio técnico mencionado anteriormente, que una composición de silicona líquida, cuya fase líquida es esencialmente incluso exclusivamente formada por uno o más aceites de silicona reticulables, en particular, en frío, en elastómeros, podría utilizarse en un procedimiento para el tratamiento por impregnación de soportes fibrosos, para conferirles propiedades mecánicas y propiedades de resistencia a los ascensos capilares muy satisfactorias.

De ello se deduce que la invención se relaciona en primer lugar con un procedimiento de realización de una membrana de silicona arquitectónica de un peso comprendido entre 400 y 1.500 g/m<sup>2</sup>; por impregnación de un textil arquitectónico con al menos una silicona, que comprende las siguientes etapas esenciales:

-Ii = número entero positivo-

aplicación en un textil arquitectónico de una composición de silicona líquida reticulable en elastómeros, que comprende:

- (a) al menos un poliorganosiloxano (POS) que presenta, por molécula, al menos dos grupos alqueno, preferentemente C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> unidos a silicio;
- (b) al menos un poliorganosiloxano que presenta, por molécula, al menos tres átomos de hidrógeno unidos a silicio;
- (c) una cantidad catalíticamente eficaz de al menos un catalizador, preferentemente compuesto por al menos un metal perteneciente al grupo del platino;
- (d) opcionalmente al menos un promotor de adherencia;
- (e) opcionalmente una carga mineral;
- (f) opcionalmente al menos un inhibidor de reticulación;
- (g) opcionalmente al menos una resina de poliorganosiloxano;
- (h) y opcionalmente aditivos funcionales para conferir propiedades específicas;

-Ili = número entero positivo-

reticulación de la composición de silicona;

-III-

opcionalmente, al menos otra secuencia operativa que comprende las etapas Ii ≥ 2 y Ili 2 ≥ 2 (siendo i un entero positivo) que cumple la misma definición que se dio anteriormente para las etapas Ii y Ili;

caracterizado por que

→ la etapa Ii = 1 es una etapa de impregnación en el centro del textil arquitectónico con una composición de silicona líquida:

➤ que presenta:

\* antes de la reticulación, una viscosidad dinámica comprendida entre 1.000 y 7.000 mPa.s, a 25 °C, y más preferentemente comprendida entre 2.000 y 5.000 mPa.s a 25 °C antes de la reticulación

\* y después de la reticulación completa por una curación en un horno ventilado durante 30 minutos a 150 °C, al menos una de las siguientes propiedades mecánicas:

- 5
- una dureza Shore A al menos igual a 2, preferentemente comprendida entre 5 y 65;
  - una resistencia a la tracción de al menos igual a 0,5 N.mm<sup>-1</sup>, preferentemente al menos igual a 1,0 N.mm<sup>-1</sup> y más preferentemente al menos igual a 2 N.mm<sup>-1</sup>;
  - una elongación en caso de ruptura al menos igual a 50 %, preferentemente al menos igual a 100 % y más preferentemente al menos igual a 200 %

10

➤ y es, además, fluida y se obtiene no habiendo recurrido ni a una dilución, ni a una solubilización, ni a una emulsificación,

15

→ la membrana de silicona arquitectónica así obtenida tiene un ascenso capilar de menos de 20 mm, preferentemente de menos de 10 mm y más preferentemente aún igual a 0, el ascenso capilar se mide de acuerdo con un ensayo T llevado a cabo como sigue:

- 20
- se corta una tira de 2 x 20 cm del material compuesto de material de fibra silicona,
  - se prepara un recipiente que contiene una tinta de color (por ejemplo, tinta para una pluma estilográfica),
  - 20 - se suspende verticalmente la tira de material fibroso cortado encima del recipiente de tinta con el fin de enjuagar la tira en la tinta,
  - se define el nivel 0 como la línea de menisco de la tinta en la tira,
  - la tira del material compuesto se deja en su lugar hasta que el frente del ascenso de la tinta se equilibra,
  - 25 - se mide la altura (A) en milímetros, que corresponde a la diferencia entre el nivel 0 y el nivel de ascenso máximo de la tinta a lo largo de la tira,

el ascenso capilar se define por la distancia A.

30

Para el conocimiento de los inventores, tales composiciones fluidas de aceites de silicona reactivos y capaces de vulcanizarse por poliadición, no se han aplicado nunca en un procedimiento de impregnación de material fibroso.

35

Todas las viscosidades enumeradas en la presente solicitud, se corresponden con una magnitud de viscosidad dinámica a 25 °C, es decir la viscosidad dinámica que se mide, de una manera conocida per se, a un gradiente de velocidad de cizallamiento suficientemente baja para que la viscosidad medida sea independiente del gradiente de velocidad.

40

Las técnicas generales de impregnación de textiles arquitectónicos son bien conocidas por los expertos en la materia: rasqueta, en particular por rasqueta en cilindro, rasqueta en aire y rasqueta en alfombra, o por relleno de material, es decir, por compresión entre dos rodillos, o incluso por rodillo de lengua, marco giratorio, rodillo inverso "reverse roll", transferencia, pulverización.

Se puede impregnar una o las dos caras del material textil, preferentemente por relleno de material. El secado y la reticulación se llevan a cabo, preferentemente por aire caliente o infrarrojos, especialmente durante 30 s a 5 min, a una temperatura de reticulación sin exceder la temperatura de degradación del soporte.

El relleno de material representa una técnica particularmente adecuada para el procedimiento de la invención.

45

De acuerdo con un modo preferente de implementación del procedimiento de acuerdo con la invención, se proporciona al menos una etapa III, en la que la etapa li ≥ 2 de aplicación de silicona líquida es un recubrimiento que utiliza una composición de silicona líquida reticulable en elastómeros.

50

El hecho de realizar un tratamiento que combina al menos una impregnación y al menos un recubrimiento de silicona es una garantía de calidad para los textiles arquitectónicos que se busca para modificar las propiedades, principalmente la resistencia a los ascensos capilares, sin perjuicio de otras propiedades mecánicas, de hidrofugación, de resistencia al fuego, de aspecto.

55

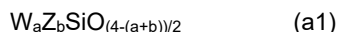
La fluidez de la composición de silicona líquida reticulable de recubrimiento de la etapa li ≥ 2 es idéntica o diferente a la de la etapa de impregnación li = 1.

Ventajosamente, la fluidez del líquido de silicona de recubrimiento es inferior a la del líquido de silicona de impregnación.

60

Las composiciones de aceites de silicona, incluyendo las composiciones fluidas de impregnación, implementadas en el procedimiento de acuerdo con la invención comprenden una mezcla de poliorganosiloxanos (a) y (b).

Los poliorganosiloxanos (a) utilizados en la presente invención tienen preferentemente una unidad de fórmula:



65

en la que:

- W es un grupo alqueno,
- Z es un grupo hidrocarbonado monovalente, exento de acción desfavorable sobre la actividad del catalizador y seleccionado entre los grupos alquilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono inclusive, opcionalmente sustituidos con al menos un átomo de halógeno, y también entre grupos arilo,
- a es 1 o 2, b es 0, 1 o 2 y a + b se comprende entre 1 y 3,
- opcionalmente al menos una parte de otras unidades son unidades de fórmula media:



en la que W tiene el mismo significado que anteriormente y c tiene un valor comprendido entre 0 y 3.

El poliorganosiloxano (a) puede ser en su mayor parte formado por unidades de fórmula (a.1) o puede contener, además, unidades de fórmula (a.2). Del mismo modo, puede presentar una estructura lineal. Su grado de polimerización se comprende preferentemente entre 2 y 5.000.

W se selecciona generalmente entre los radicales metilo, etilo y fenilo, al menos 60 % en moles de los radicales W son radicales metilo.

Ejemplos de unidades de siloxilo de fórmula (a.1) son unidades vinildimetilsiloxano, unidades vinilfenilmetilsiloxano y unidades de vinilsiloxano.

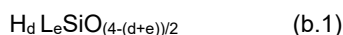
Ejemplos de unidades de siloxilo de fórmula (a.2) son las unidades  $SiO_{4/2}$ , dimetilsiloxano, metilfenilsiloxano, difenilsiloxano, metilsiloxano y fenilsiloxano.

Ejemplos de poliorganosiloxanos (a) son los dimetilpolisiloxanos con extremos dimetilvinilsililo, los copolímeros metilvinildimetilpolisiloxanos con extremos trimetilsililo, los copolímeros metilvinildimetilpolisiloxanos con extremos dimetilvinilsililo, los metilvinilpolisiloxanos cíclicos.

La viscosidad dinámica  $\eta_d$  de este poliorganosiloxano (a) se comprende entre 0,01 y 200 Pa.s, preferentemente entre 0,01 y 100 Pa.s.

Preferentemente, el POS (a) comprende al menos el 98 % de unidades de siloxilo D:  $-R_2SiO_{2/2}$  con R que responde a la misma definición que W o Z, este porcentaje corresponde a un número de unidades por 100 átomos de silicio.

Con respecto a las composiciones de aceites de silicona de acuerdo con la invención, las composiciones preferentes de poliorganosiloxano (b) comprenden la unidad de siloxilo de fórmula:



en la que:

- L es un grupo hidrocarbonado monovalente, exento de acción desfavorable sobre la actividad de catalizador y seleccionado entre grupos alquilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono inclusive, opcionalmente sustituidos con al menos un átomo de halógeno, y también entre grupos arilo;
- d es 1 o 2, e es 0, 1 o 2 y d + e tiene un valor comprendido entre 1 y 3;
- opcionalmente, al menos una parte de otras unidades son unidades de fórmula media:



en la que L tiene el mismo significado que anteriormente y g tiene un valor comprendido entre 0 y 3.

A modo de ejemplos de poliorganosiloxano (b), se pueden citar poli(dimetilsiloxano) (metilhidrogenosiloxi)  $\alpha$ ,  $\omega$  dimetilhidrogenosiloxano.

El poliorganosiloxano (b) puede estar formado únicamente por unidades de fórmula (b.1) o comprende, además, unidades de fórmula (b.2).

El poliorganosiloxano (b) puede presentar una estructura lineal, ramificada, cíclica o en red. El grado de polimerización es superior o igual a 2. Más generalmente, es inferior a 100.

La viscosidad dinámica  $\eta_d$  de este poliorganosiloxano (b) se comprende entre 5 y 1.000 mPa.s, preferentemente entre 10 y 100 mPa.s.

El grupo L tiene el mismo significado que el grupo Z anterior.

Ejemplos de unidades de fórmula (b.1) son:  $\text{H}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$ ,  $\text{HCH}_3\text{SiO}_{2/2}$ ,  $\text{H}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiO}_{2/2}$ .

Ejemplos de unidades de fórmula (b.2) son los mismos que los dados anteriormente para las unidades de fórmula (a.2).

5

Ejemplos de poliorganosiloxano (b) son:

- los dimetilpolisiloxanos con extremos hidrogenodimetilsililo,
- los copolímeros con unidades (dimetil)-(hidrometil)polisiloxanos con extremos trimetilsililo,
- 10 - los copolímeros con unidades dimetilhidrometilpolisiloxano con extremos hidrogenodimetilsililo,
- los hidrogenometilpolisiloxanos con extremos trimetilsililo,
- los hidrogenometilpolisiloxanos cíclicos,
- las resinas de hidrogenosiloxano que comprenden unidades de siloxilo M:  $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ , Q:  $\text{SiO}_{4/2}$  y/o T:  $\text{RSiO}_{3/2}$ ,  
opcionalmente D:  $-\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$ , con R = H o que responde a la misma definición que L.

15

Como otros ejemplos de grupos hidrocarbonados Z o L, monovalentes capaces de estar presentes en los POS (a) y (b) mencionados, se pueden citar: metilo, etilo; n-propilo; i-propilo; n-butilo; i-butilo; t-butilo; clorometilo; diclorometilo;  $\alpha$ -cloroetilo;  $\alpha$ ,  $\beta$ -dicloroetilo; fluorometilo; difluorometilo;  $\alpha$ ,  $\beta$ -difluoroetilo; trifluoro-3,3,3-propilo; trifluorociclopropilo; trifluoro-4,4,4 butilo; hexafluoro-3,3,5,5,5 pentilo;  $\beta$ -cianoetilo,  $\gamma$ -cianoetilo; fenilo; p-clorofenilo; m-clorofenilo; dicloro-3,5-fenilo; triclorofenilo; tetraclorofenilo; o-, p- o m-tolilo;  $\alpha,\alpha,\alpha$ -trifluorotolilo; xililo (dimetil-2,3 fenilo; dimetil-3, 4-fenilo).

20

Estos agrupamientos pueden estar opcionalmente halogenados, o, alternativamente, pueden seleccionarse entre los radicales cianoalquilo. Los halógenos son, por ejemplo flúor, cloro, bromo y yodo, preferentemente cloro o flúor.

25

Los POS (a) y (b) puede consistir en mezclas de diferentes aceites de silicona.

Preferentemente, las proporciones de (a) y (b) son tales que la relación molar de átomos de hidrógeno unidos a silicio en (b) con respecto a los radicales alqueno unidos a silicio (a) se comprende entre 0,4 y 10.

30

De acuerdo con una variante, la fase de silicona de la composición comprende al menos una resina de poliorganosiloxano (g) que contiene al menos un radical alqueno en su estructura, y esta resina presenta un contenido ponderal en grupos alqueno comprendido entre 0,1 y 20 % en peso y preferentemente entre 0,2 y 10 % en peso.

35

Estas resinas son oligómeros o polímeros organopolisiloxanos ramificados bien conocidos y disponibles comercialmente. Se presentan preferentemente en forma de soluciones de siloxano. Comprenden, en su estructura, al menos dos unidades diferentes seleccionadas entre las de fórmula  $\text{R}_3\text{SiO}_{0,5}$  (unidad M),  $\text{R}_2\text{SiO}$  (unidad D),  $\text{RSiO}_{1,5}$  (unidad T) y  $\text{SiO}_2$  (unidad Q), al menos una de estas unidades es una unidad T o Q.

40

Los radicales R son idénticos o diferentes y se seleccionan entre los radicales alquilo lineales o ramificados  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ , los radicales alqueno  $\text{C}_2$ - $\text{C}_4$  fenilo, trifluoro-3,3,3 propilo. Por ejemplo se pueden mencionar: como radicales R alquilo, los radicales metilo, etilo, isopropilo, terc-butilo y n-hexilo, y como radicales R alqueno, los radicales vinilo. Debe entenderse que en las resinas de (g) del tipo mencionado anteriormente, algunos de los radicales R son radicales alqueno.

45

Como ejemplos de oligómeros o polímeros de organopolisiloxano ramificados, se puede hacer mención a las resinas MQ, las resinas MDQ, las resinas TD y las resinas MDT, las funciones alqueno pueden llevarse por las unidades M, D y/o T. Como ejemplos de resinas que son particularmente adecuadas, se pueden mencionar las resinas MDQ o MQ viniladas que tienen un contenido ponderal de grupos vinilo comprendido entre 0,2 y 10 % en peso, estos grupos vinilo se llevan por las unidades M y/o D.

50

Esta resina estructural está ventajosamente presente en una concentración comprendida entre 10 y 70 % en peso con respecto al conjunto de constituyentes de la composición, preferentemente entre 30 y 60 % en peso y aún más preferentemente entre 40 y 60 % en peso.

55

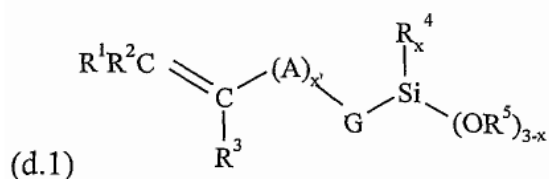
La reacción de poliadición es bien conocida por el experto en la materia. También se puede utilizar un catalizador en esta reacción. Este catalizador puede seleccionarse específicamente entre los compuestos de platino y rodio. En particular, se puede utilizar los complejos de platino y de un producto orgánico descrito en las patentes US-A-3 159 601, US-A-3 159 602, US-A-3 220 972 y las patentes europeas EP-A-0 057 459, EP-A-0 188 978 y EP-A-0 190 530, los complejos de platino y de organosiloxanos vinilados descritos en las patentes US-A-3 419 593, US-A-3 715 334, US-A-3 377 432 y US-A-3 814 730. El catalizador generalmente preferente es el platino. En este caso, la cantidad ponderal de catalizador (c), calculada en peso de platino-metal, se comprende generalmente entre 2 y 400 ppm, preferentemente entre 5 y 100 ppm basándose en el peso total de los poliorganosiloxanos (a) y (b).

60

65

En un modo de realización ventajoso del procedimiento de acuerdo con la invención se puede utilizar un promotor de adherencia. Este promotor de adherencia puede comprender por ejemplo:

(d.1) al menos un organosilano alcoxilado que responde a la siguiente fórmula general:



5

en la que:

10

- R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> son radicales hidrogenados o hidrocarbonados idénticos o diferentes entre ellos y representan hidrógeno, un alquilo lineal ramificado C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un fenilo opcionalmente sustituido con al menos un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>;
- A es un alquilenos lineal o ramificado C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>;
- G es un enlace de valencia;
- R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup> son radicales idénticos o diferentes y representan un alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> lineal o ramificado;
- x' = 0 o 1
- x = 0 a 2,

15

dicho compuesto (d.1) es preferentemente viniltrimetoxisilano (VTMS);

20

(d.2) al menos un compuesto de organosilicio que comprende al menos un radical epoxi, dicho compuesto (d.2) es preferentemente 3-glicidoxipropiltimetoxisilano (GLYMO);

25

(d.3) al menos un quelato de metal M y/o un alcóxido metálico de fórmula general M(OJ)<sub>n</sub>, con n = valencia de M y J = alquilo lineal o ramificado C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, M se selecciona entre el grupo formado por: Ti, Zr, Ge, Li, Mn, Fe, Al, Mg, dicho compuesto (d.3) es preferentemente titanato de terc-butilo.

Las proporciones de (d.1), (d.2) y (d.3), expresadas en % en peso con respecto al total de los tres, son preferentemente las siguientes:

$$(d.1) \geq 10,$$

$$(d.2) \geq 10,$$

$$(d.3) \leq 80.$$

30

Por otra parte, este promotor de adherencia (d) está presente preferentemente en una cantidad de 0,1 a 10 %, preferentemente 0,5 a 5 % y aún más preferentemente 1 a 2,5 % en peso con respecto al conjunto de constituyentes de la composición.

35

También es posible proporcionar una carga (e) que preferentemente será mineral. Puede estar constituida por productos elegidos entre materiales silíceos (o no).

Con respecto a los materiales silíceos, pueden desempeñar el papel de carga de refuerzo o semi-refuerzo.

40

Las cargas silíceas de refuerzo se eligen entre sílices coloidales, polvos de sílice de combustión y precipitación o su mezcla.

Estos polvos tienen un tamaño de partículas medio generalmente inferior a 0,1 μm y una superficie específica BET superior a 50 m<sup>2</sup>/g, preferentemente comprendida entre 100 y 300 m<sup>2</sup>/g.

45

También se pueden emplear cargas silíceas semi-reforzantes, como tierra de diatomeas o cuarzo molido.

50

En cuanto a los materiales minerales no silíceos, éstos pueden actuar como carga mineral semi-reforzante o relleno. Ejemplos de estas cargas no silíceas que pueden utilizarse solas o en una mezcla son negro de carbón, dióxido de titanio, óxido de aluminio, alúmina hidratada, vermiculita expandida, zirconia, zirconato, vermiculita sin dilatar, carbonato de calcio, óxido de cinc, mica, talco, óxido de hierro, sulfato de bario y cal apagada. Estas cargas tienen

una granulometría comprendida generalmente entre 0,01 y 300  $\mu\text{m}$  y una superficie BET inferior a 100  $\text{m}^2/\text{g}$ .

De manera práctica pero no limitativa, la carga empleada es una sílice.

La carga puede tratarse utilizando cualquier agente compatibilizante adecuado y en particular hexametildisilazano.

5 Para obtener más detalles a este respecto, se puede hacer referencia, por ejemplo, a la patente FR-B-2 764 894.

En el plano ponderal, se prefiere aplicar una cantidad de carga comprendida entre 5 y 30, preferentemente entre 7 y 20 % en peso con respecto al conjunto de constituyentes de la composición.

10 Ventajosamente, la composición elastomérica de silicona comprende además al menos un retardador (f) de la reacción de adición (inhibidor de la reticulación) seleccionado entre los siguientes compuestos:

- poliorganosiloxanos, que son ventajosamente cíclicos y sustituidos con al menos un alqueno, siendo particularmente preferente tetrametilviniltetrasiloxano,

15 - piridina

- fosfinas y fosfitos orgánicos,

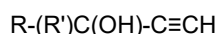
- amidas insaturadas,

- maleatos alquilados

- y alcoholes acetilénicos.

20

Estos alcoholes acetilénicos (*cf.* documentos FR-B-1 528 464 y FR-A-2 372 874), que forman parte de los bloqueadores térmicos de la reacción de hidrosililación preferentes, tienen por fórmula:



25

fórmula en la que:

- R es un radical alquilo lineal o ramificado, o un radical fenilo;

- R' es H o un radical alquilo lineal o ramificado o un radical fenilo;

30 - los radicales R, R' y el átomo de carbono situado en  $\alpha$  del triple enlace pueden formar opcionalmente un anillo;

- el número total de átomos de carbono contenidos en R y R' es de al menos 5, preferentemente 9 a 20.

Dichos alcoholes se seleccionan preferentemente entre aquellos que presentan un punto de ebullición superior a 250  $^{\circ}\text{C}$ . Se pueden citar como ejemplos:

35

- etinil-1-ciclohexanol 1;

- metil-3-dodecino-1 ol 3;

- trimetil-3,7,11 dodecino-1 ol-3;

- difenil-1,1 propino-2 ol-1;

40

- etil-3 etil-6 nonino-1 ol 3;

- metil-3 pentadecino-1 ol-3.

Estos alcoholes  $\alpha$ -acetilénicos son productos comerciales.

45 Un retardador de este tipo (f) está presente en una cantidad de 3.000 ppm como máximo, preferentemente en una cantidad de 100 a 2.000 ppm con respecto al peso total de los organopolisiloxanos (a) y (b).

En cuanto a los aditivos funcionales (h) que pueden aplicarse, se trata de productos que incluyen por ejemplo pigmentos/colorantes o estabilizadores.

50

En el procedimiento de acuerdo con la invención, se puede utilizar igualmente un sistema bicomponente precursor de la composición. Este sistema bicomponente se caracteriza por que:

- se presenta en dos partes A y B distintas destinadas a mezclarse para formar la composición por que una de estas partes A y B comprende el catalizador (c) y una sola especie (a) o (b) de poliorganosiloxano; y la parte A o B que contiene el poliorganosiloxano (b) está exenta de compuesto (d.3) del promotor (d).

55

Así, la composición puede, por ejemplo, consistir en una parte A que comprende los compuestos (d.1) y (d.2) mientras que la parte B contiene el compuesto (d.3).

60

Para obtener la composición elastómera de silicona bicomponente A-B.

En el caso de que se aplique una carga, es ventajoso preparar en primer lugar un empastado primario mezclando una carga mineral, al menos una parte del POS (b), así como al menos una parte del poliorganosiloxano (a).

65

Este empastado sirve como base para obtener, por una parte, una parte A que resulta de la mezcla de este último



con el poliorganosiloxano (b), opcionalmente, un inhibidor de reticulación y finalmente los compuestos (d.1) y (d.2) del promotor (d). La parte B se produce mezclando una parte del empastado mencionado anteriormente y poliorganosiloxano (a), catalizador (Pt) y compuestos (d.3) del promotor (d).

- 5 La viscosidad de las partes A y B y de su mezcla puede ajustarse mediante la variación de las cantidades de constituyentes y seleccionando los poliorganosiloxanos de viscosidad diferente.

En caso de que uno o más aditivos funcionales (h) se empleen, se distribuyen en las partes A y B de acuerdo con su afinidad con el contenido de A y B.

- 10 Una vez mezcladas entre sí las partes A y B que forman una composición elastómera de silicona (RTV-2) lista para su uso, que puede aplicarse al soporte por cualquier medio de impregnación apropiado (por ejemplo, relleno de material) y opcionalmente cualquier medio de impregnación apropiado (por ejemplo rasqueta o cilindro).

- 15 La reticulación de la composición de silicona líquida (fluido) aplicada sobre el textil arquitectónico a impregnar, incluso a recubrir se activa generalmente por ejemplo calentando el textil arquitectónico impregnado, incluso recubierto, a una temperatura comprendida entre 50 y 200 °C, teniendo en cuenta, por supuesto, la resistencia máxima del soporte al calor.

- 20 Otro objeto de la invención está constituido por una membrana de silicona arquitectónica que puede obtenerse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención (material compuesto textil arquitectónico de silicona): Esta membrana compuesta se caracteriza por que está impregnada en un centro de elastómero de silicona reticulado obtenido a partir de una composición de silicona líquida, tal como se ha definido anteriormente en el contexto de la descripción del procedimiento de acuerdo con la invención, esta composición es por lo demás fluida y se obtiene al no recurrir ni a una dilución, ni a una solubilización, ni a una emulsificación.

- 30 Ventajosamente, el textil arquitectónico utilizado en la constitución de esta membrana está formado por tejidos, no tejidos, punto o más generalmente cualquier sustrato fibroso seleccionado entre el grupo de materiales que comprenden: vidrio, sílice, metales, cerámica, carburo de silicio, carbono, boro, basalto, fibras naturales como algodón, lana, cáñamo, lino, fibras artificiales como viscosa, o fibras de celulosa, fibras sintéticas como poliésteres, poliamidas, poliacrílicos, clorofibras, poliolefinas, cauchos sintéticos, alcohol polivinílico, aramidas, fluorofibras, fenólicos...

- 35 La invención también tiene por objeto una membrana de silicona arquitectónica (material compuesto textil arquitectónico elastómero de silicona reticulado) que se puede obtener mediante el procedimiento de acuerdo con la invención o a partir del sistema bicomponente mencionado anteriormente, caracterizado por un ascenso capilar de menos de 20 mm, preferentemente menos de 10 mm y más preferentemente incluso igual a 0, el aumento capilar se mide de acuerdo con un ensayo T.

- 40 Ventajosamente, la membrana de silicona arquitectónica correspondiente a un textil arquitectónico recubierto tal como el definido anteriormente u obtenido por el procedimiento descrito anteriormente, constituye una membrana de elección para arquitectura interior o exterior o protección solar, en particular debido a su bajo ascenso capilar, incluso nulo. Dicha membrana tiene un peso comprendido entre 400 y 1.500 g/m<sup>2</sup>.

#### 45 Descripción de las figuras

- La figura 1 es una fotografía de una sección de un material compuesto de silicona a base de material fibroso.
- La figura 2 es un esquema que representa los resultados de un ensayo T comparativo de ascenso capilar, efectuado en tres tiras de tejido  $\alpha$  (control) y  $\beta$ a,  $\beta$ b (Ejemplo I.7).

#### 50 Descripción detallada de la invención

Los siguientes ejemplos tienen por objeto ilustrar modos particulares de realización de membranas de silicona arquitectónicas de acuerdo con la invención sin limitarla a estos simples modos particulares.

#### 55 Ejemplo I: Preparación, impregnación y propiedades de una composición de aceites de silicona de acuerdo con la invención

##### 60 I.1- Preparación

En un reactor a temperatura ambiente, se mezcla progresivamente, en las proporciones indicadas a continuación (partes en peso):

- 96,6 partes de una resina M M(Vi) D(Vi) DQ que contiene aprox. 0,6 % de Vi
- 65 - 11 partes de poli (diMe)(mehidrogenosiloxi)  $\alpha$ ,  $\omega$  dimehidrógeno siloxi, con una viscosidad 25 mPa.s y que contiene 20 % de SiH

- 0,025 partes de etilciclohexanol
  - 1 parte de viniltrimetoxisilano
  - 1 parte de 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano
  - 0,4 partes de titanato de butilo
- 5 - 0,022 partes del catalizador de reticulación de platino de Karstedt.

Nota: Me corresponde a un radical metilo.

## **I.2- Propiedades de la composición así preparada**

- 10 - Viscosidad:

Se mide la viscosidad de la composición preparada por medio de un viscosímetro Brookfield: viscosidad = 2,3 Pa.s

- 15 - Reactividad:

La reactividad del baño se evalúa midiendo su tiempo de gel en un GelTimer GelNorm comercializado por OSI:  
Reactividad a 70 °C = 30 min

## **I.3- Impregnación**

I.3.-a Un tejido de poliéster de 200 g/m<sup>2</sup> se impregna con la composición por medio de una calandria de laboratorio.

Las condiciones de la impregnación son las siguientes:

- 25
- diámetro de los cilindros 10 cm (25 cm de ancho)
  - velocidad de avance 1 m/min
  - presión aplicada 20 kg/cm
  - tasa de expresión 35 %

I.3. b Un tejido de vidrio de 300 g/m<sup>2</sup> se impregna con la composición por medio de una calandria de laboratorio.  
Las condiciones de la impregnación son las siguientes:

- 30
- diámetro de los cilindros 10 cm (anchura 25 cm)
  - velocidad de avance 1 m/min
  - presión aplicada 22 kg/cm
  - tasa de expresión 30 %

## **1.4- Reticulación**

40 La composición de silicona depositada se reticula mediante la colocación de la membrana arquitectónica (material compuesto) resultante del ensayo I.3-a o I.3-b en un horno ventilado a 150 °C durante 1 min.

## **I.5- Propiedades mecánicas del elastómero de silicona de impregnación después de la reticulación**

45 Las propiedades mecánicas de uso se establecen de acuerdo con las normas de la materia sobre la base de un pasador de 6 mm de espesor para la dureza y de la placa de ensayo de 2 mm de espesor para los experimentos de ruptura. La reticulación se completa con una curación en horno ventilado durante 30 minutos a 150 °C.

|                               |           |
|-------------------------------|-----------|
| Dureza Shore A                | = 33      |
| Resistencia a la tracción     | = 3,9 MPa |
| Elongación en caso de ruptura | = 140 %   |

## **I.6- Control de impregnación**

Se observa la penetración de la composición en el tejido por microscopía electrónica de barrido.

55 La fotografía de la figura 1 presenta una vista en sección transversal del material compuesto obtenido a partir del ejemplo I.3a. Se muestra la escala correspondiente en la imagen. Se demuestra la calidad de la impregnación revelando la compacidad del material compuesto resultante. Esta fotografía muestra la calidad de impregnación obtenida por el procedimiento objeto de la invención. La ausencia de disolvente de fluidización o de emulsión permite evitar la formación de bolsas de disolvente en la matriz de la composición de silicona reticulada.

## **I.7- Resistencia al ascenso capilar**

**Procedimiento analítico:**

El ascenso capilar se da por la altura del ascenso de un líquido con el que el extremo de una tira de material compuesto está en contacto, de acuerdo con un ensayo T.

**5 El ensayo T se lleva a cabo como sigue:**

- se corta una tira de 2 x 20 cm del material compuesto de material fibroso de silicona,
- se prepara un recipiente que contiene una tinta de color (por ejemplo, tinta para una pluma estilográfica),
- se suspende verticalmente la tira de material fibroso cortado encima del recipiente de tinta con el fin de enjuagar la tira en la tinta,
- se define el nivel 0 como la línea de menisco de la tinta en la tira,
- la tira del material compuesto se deja en su lugar hasta que el frente del ascenso de la tinta se equilibra,
- se mide la altura (A) en milímetros que corresponde a la diferencia entre el nivel 0 y el nivel de ascenso máximo de la tinta a lo largo de la tira.

El ascenso capilar se define por la distancia A.

La resistencia al ascenso capilar es inversamente proporcional a A.

**20 Resultados**

Los esquemas de la figura 2 representan comparativamente la traza de tales ascensos capilares para tres tiras de tejido:

- la tira de control  $\alpha$  de la izquierda corresponde a una tira cortada de un material fibroso no impregnado y se recubre con 200 g/m<sup>2</sup> de elastómero de silicona en cada cara;
- la tira  $\beta_a$  del centro corresponde a una tira cortada de un material compuesto de acuerdo con la invención, es decir, elaborada a partir de un material fibroso a base de poliéster, impregnado de acuerdo con la invención y después recubierta con 120 g/m<sup>2</sup> de elastómero de silicona en cada cara;
- la tira  $\beta_b$  de la derecha corresponde a una tira cortada de un material compuesto de acuerdo con la invención, es decir, elaborada de un material fibroso a base de vidrio, impregnado de acuerdo con la invención, después se recubre con 100 g/m<sup>2</sup> de elastómero de silicona en cada cara.

Las tiras ( $\beta$ ) de la membrana arquitectónica de silicona (material compuesto) de acuerdo con la invención presenta un ascenso capilar inexistente, mientras que la tira ( $\alpha$ ) de control presenta un ascenso capilar de más de 100 mm.

De este modo se aprecia con claridad que la impregnación de acuerdo con la invención proporciona una protección contra el ascenso que se produce en toda la muestra en su ausencia.

Se mostró una formulación capaz de satisfacer el compromiso de una baja viscosidad adecuada para la impregnación de textiles y de propiedades mecánicas suficientes para las características del material compuesto. Se observará que las propiedades alcanzadas permiten clasificar el producto en el intervalo de elastómeros; en particular, la elongación y la dureza son típicas de esta clase.

Con una composición de este tipo, el nivel de impregnación del textil es excelente, lo que limita el ascenso capilar por infiltración a lo largo de fibras del tejido que se recubrirán inadecuadamente por el polímero hidrófobo.

**Ejemplo II: Composiciones de aceites de silicona fluidas de acuerdo con la invención**

Los ejemplos a continuación demuestran que con composiciones muy fluidas, tales como las que se presentan, se puede cubrir un amplio intervalo de dureza de elastómeros mientras se mantienen las propiedades mecánicas razonables.

Las composiciones presentadas son al igual que en el primer ejemplo preparadas en frío por simple mezcla. Sin embargo, su preparación se hace de manera que se dispongan dos partes, A y B, que están asociadas entre sí de acuerdo con la relación 100 A/B 10, justo antes de su uso.

Las tablas (I) y (II) siguientes describen estas composiciones y las propiedades que desarrollan.

| <b>TABLA I</b>  |            |            |            |
|---|------------|------------|------------|
|   | <b>2-1</b> | <b>2-2</b> | <b>2-3</b> |
| <b>Parte A</b>  |            |            |            |
| Resina M M <sup>vi</sup> D <sup>vi</sup> D Q con un grado de 0,6 % de Vi, constituida con 17 % M 0,5 % Mvi, 75 % D, 1,5 % D <sup>vi</sup> , 6 % Q | 92         | 90         | 45         |

| <b>TABLA I</b>   |         |            |            |            |
|--|---------|------------|------------|------------|
|  |         | <b>2-1</b> | <b>2-2</b> | <b>2-3</b> |
| <b>Parte A</b>   |         |            |            |            |
| Poli dime Me Vi siloxano $\alpha,\omega$ -vinilado a 2,5 % Vi y viscosidad 0,4 Pa.s  |         | 0          | 0          | 45         |
| Tetra Me, tetra Vi tetrasilosano   |         | 0          | 2          | 0          |
| Poli di Me di Me hidrógeno $\alpha,\omega$ -SiH a 7,5 % SiH y 0,3 Pa.s   |         | 8          | 13         | 0          |
| Poli di Me hidrógeno $\alpha,\omega$ Me <sub>3</sub> de viscosidad 0,02 Pa.s   |         | 0          | 0          | 8          |
| Tri metoxisilano de gamma mitacriloxipropilo   |         | 1          | 1          | 1          |
| Tri metoxisilano de gamma glicidoxipropilo   |         | 1          | 1          | 1          |
| Etinilciclohexanol   |         | 250 ppm    | 250 ppm    | 250 ppm    |
| <b>Parte B</b>   |         |            |            |            |
| Resina M M <sup>vi</sup> D <sup>vi</sup> D Q con un grado de 0,6 % de Vi, constituida con 17 % M 0,5 % M <sup>vi</sup> , 75 % D, 1,5 % D <sup>vi</sup> , 6 % Q |         | 96         | 96         | 38         |
| Poli dime Me Vi siloxano $\alpha,\omega$ -vinilado a 2,5 % Vi y viscosidad 0,4 Pa.s  |         | 0          | 0          | 58         |
| Ortotitanato de tetrabutilo  |         | 4          | 4          | 4          |
| Catalizador de Karstedt con platino al 10 %  |         | 215 ppm    | 215 ppm    | 215 ppm    |
| Dureza   | Shore A | 40         | 45         | 67         |
| Resistencia a la tracción  | MPa     | 3,6        | 4,5        | 0,8        |
| Elongación en caso de ruptura  | %       | 150        | 100        | 15         |
| Viscosidad A   | mPa.s   | 2.760      | 2.040      | 2.950      |
| Viscosidad B   | mPa.s   | 4.150      | 4.190      | 2.480      |
| Viscosidad A+B   | mPa.s   | 3.400      | 2.250      | 2.920      |

| <b>TABLA II</b>   |         |            |            |            |            |
|---|---------|------------|------------|------------|------------|
|   |         | <b>3-1</b> | <b>3-2</b> | <b>3-4</b> | <b>3-3</b> |
| <b>Parte A</b>  |         |            |            |            |            |
| Suspensión con 25 % de sílice reforzante en un PDMS $\alpha,\omega$ -vinilado con viscosidad 1,5 Pa.s |         | 35         | 35         | 35         | 35         |
| PDMS $\alpha,\omega$ -vinilado con viscosidad 1,5 Pa.s  |         | 55         | 55         | 35         | 37         |
| PDMS $\alpha,\omega$ -vinilado con viscosidad 100 Pa.s  |         | 0          | 0          | 18         | 9          |
| Poli di Me di Me hidrógeno $\alpha,\omega$ -SiH a 7,5 % SiH y 0,3 Pa.s                                |         | 1,1        | 2,3        | 5          | 3,8        |
| PDMS $\alpha,\omega$ -SiH a 5 % SiH   |         | 4,2        | 0          | 0          | 0          |
| Tri metoxisilano de gamma mitacriloxipropilo  |         | 1          | 1          | 1          | 1          |
| Tri metoxisilano de gamma glicidoxipropilo  |         | 1          | 1          | 1          | 1          |
| Etinilciclohexanol  |         | 500 ppm    | 500 ppm    | 500 ppm    | 400 ppm    |
| <b>Parte B</b>  |         |            |            |            |            |
| Suspensión con 25 % de sílice reforzante en un PDMS $\alpha,\omega$ -vinilado con viscosidad 1,5 Pa.s |         | 40         | 40         | 40         | 40         |
| PDMS $\alpha,\omega$ -vinilado con viscosidad 1,5 Pa.s  |         | 56         | 56         | 56         | 56         |
| Ortotitanato de tetrabutilo   |         | 4          | 4          | 4          | 4          |
| Catalizador de Karstedt con platino al 10 %   |         | 215 ppm    | 215 ppm    | 215 ppm    | 215 ppm    |
| Dureza  | Shore A | 8          | 30         | 49         | 42         |
| Resistencia a la tracción   | MPa     | 0,76       | 1          | 1,5        | 2,25       |
| Elongación en caso de ruptura   | %       | 250        | 170        | 65         | 135        |
| Viscosidad A  | mPa.s   | 2.910      | 3.800      | 2.580      | 4.330      |
| Viscosidad B  | mPa.s   | 3.400      | 3.400      | 3.400      | 3.280      |
| Viscosidad A+B  | mPa.s   | 3.270      | 4.190      | 2.870      | 4.760      |

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de realización de una membrana de silicona arquitectónica de un peso comprendido entre 400 y 1.500 g/m<sup>2</sup>; por impregnación de un textil arquitectónico con al menos una silicona, que comprende las siguientes etapas esenciales:

-li = número entero positivo-  
aplicación en un textil arquitectónico de una composición de silicona líquida reticulable en elastómeros, que comprende:

- (a) al menos un poliorganosiloxano (POS) que presenta, por molécula, al menos dos grupos alqueno, preferentemente C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> unidos a silicio;
- (b) al menos un poliorganosiloxano que presenta, por molécula, al menos tres átomos de hidrógeno unidos a silicio;
- (c) una cantidad catalíticamente eficaz de al menos un catalizador, preferentemente compuesto por al menos un metal perteneciente al grupo del platino;
- (d) opcionalmente al menos un promotor de adherencia;
- (e) opcionalmente una carga mineral;
- (f) opcionalmente al menos un inhibidor de reticulación;
- (g) opcionalmente al menos una resina de poliorganosiloxano;
- (h) y opcionalmente aditivos funcionales para conferir propiedades específicas;

-Ili = número entero positivo-  
reticulación de la composición de silicona;

-III-  
opcionalmente, al menos otra secuencia operativa que comprende las etapas  $li \geq 2$  y  $Ili \geq 2$  (siendo i un entero positivo) que cumple con la misma definición que se dio anteriormente para las etapas li y Ili;

**caracterizado por que**

→ la etapa li = 1 es una etapa de impregnación en el centro del textil arquitectónico con una composición de silicona líquida:

➤ que presenta:

- \* antes de la reticulación, una viscosidad dinámica comprendida entre 1.000 y 7.000 mPa.s, a 25 °C, y más preferentemente comprendida entre 2.000 y 5.000 mPa.s a 25 °C antes de la reticulación
- \* y después de la reticulación completa por una curación en un horno ventilado durante 30 minutos a 150 °C, al menos una de las siguientes propiedades mecánicas:

- una dureza Shore A al menos igual a 2, preferentemente comprendida entre 5 y 65;
- una resistencia a la tracción de al menos igual a 0,5 N.mm<sup>-1</sup>, preferentemente al menos igual a 1,0 N.mm<sup>-1</sup> y más preferentemente al menos igual a 2 N.mm<sup>-1</sup>;
- una elongación en caso de ruptura al menos igual a 50 %, preferentemente al menos igual a 100 % y más preferentemente al menos igual a 200 %

➤ y es, además, fluida y se obtiene no habiendo recurrido ni a una dilución, ni a una solubilización, ni a una emulsificación,

→ la membrana de silicona arquitectónica así obtenida tiene un ascenso capilar de menos de 20 mm, preferentemente de menos de 10 mm y más preferentemente aún igual a 0, el ascenso capilar se mide de acuerdo con un ensayo T llevado a cabo como sigue:

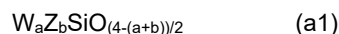
- se corta una tira de 2 x 20 cm del material compuesto de material de fibra silicona,
- se prepara un recipiente que contiene una tinta de color (por ejemplo, tinta para una pluma estilográfica),
- se suspende verticalmente la tira de material fibroso cortado encima del recipiente de tinta con el fin de enjuagar la tira en la tinta,
- se define el nivel 0 como la línea de menisco de la tinta en la tira,
- la tira del material compuesto se deja en su lugar hasta que el frente del ascenso de la tinta se equilibra,
- se mide la altura (A) en milímetros, que corresponde a la diferencia entre el nivel 0 y el nivel de ascenso máximo de la tinta a lo largo de la tira,

el ascenso capilar se define por la distancia A.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** la etapa de impregnación comprende un relleno de material.

3. Procedimiento de acuerdo con una u otra de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado por que** comprende al menos una etapa III, en la que la etapa  $li \geq 2$  de aplicación de silicona líquida es un recubrimiento que utiliza una composición de silicona líquida reticulable en elastómeros.

5 4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el poliorganosiloxano (a) seleccionado presenta unidades de fórmula:



10 en la que:

- W es un grupo alqueniilo,
- Z es un grupo hidrocarbonado monovalente, exento de acción desfavorable sobre la actividad del catalizador y seleccionado entre los grupos alquilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono inclusive, opcionalmente sustituidos con al menos un átomo de halógeno, y también entre grupos arilo,
- a es 1 o 2, b es 0, 1 o 2 y  $a + b$  se comprende entre 1 y 3,
- opcionalmente al menos una parte de otras unidades son unidades de fórmula media:

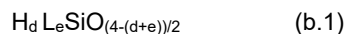


20

en la que W tiene el mismo significado que anteriormente y c tiene un valor comprendido entre 0 y 3.

5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, de acuerdo con el cual el poliorganosiloxano (b) consta de la unidad de siloxilo de fórmula:

25

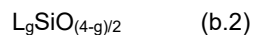


en la que:

30

- L es un grupo hidrocarbonado monovalente, exento de acción desfavorable sobre la actividad de catalizador y seleccionado entre grupos alquilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono inclusive, opcionalmente sustituidos con al menos un átomo de halógeno, y también entre grupos arilo;
- d es 1 o 2, e es 0, 1 o 2 y  $d + e$  tiene un valor comprendido entre 1 y 3;
- opcionalmente, al menos una parte de otras unidades son unidades de fórmula media:

35



en la que L tiene el mismo significado que anteriormente y g tiene un valor comprendido entre 0 y 3.

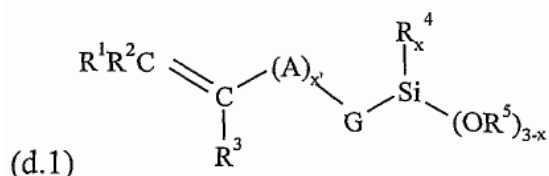
40

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** las proporciones de (a) y (b) son tales que la relación molar de los átomos de hidrógeno unidos a silicio en (b) con respecto a los radicales alqueniilo unidos a silicio (a) se comprende entre 0,4 y 10.

45

7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, de acuerdo con el cual el promotor de adherencia de la composición de silicona comprende:

(d.1) al menos un organosilano alcoxilado que responde a la siguiente fórmula general:



50

en la que:

55

- $R^1, R^2, R^3$  son radicales hidrogenados o hidrocarbonados idénticos o diferentes entre ellos y representan hidrógeno, un alquilo lineal o ramificado  $C_1-C_4$  o un fenilo opcionalmente sustituido con al menos un alquilo  $C_1-C_3$ ;
- A es un alqueniilo lineal o ramificado  $C_1-C_4$ ;
- G es un enlace de valencia;
- $R^4$  y  $R^5$  son radicales idénticos o diferentes y representan un alquilo  $C_1-C_4$  lineal o ramificado;
- $x' = 0$  o 1

- x = 0 a 2,

dicho compuesto (d.1) es preferentemente viniltrimetoxisilano (VTMS);

5 (d.2) al menos un compuesto de organosilicio que comprende al menos un radical epoxi, dicho compuesto (d.2) es preferentemente 3-glicidoxipropiltimetoxisilano (GLYMO);

(d.3) al menos un quelato de metal M y/o un alcóxido metálico de fórmula general M (OJ)<sub>n</sub>, con n = valencia de M y J = alquilo lineal o ramificado C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, M se selecciona entre el grupo formado por: Ti, Zr, Ge, Li, Mn, Fe, Al, Mg,

10 dicho compuesto (d.3) es preferentemente titanato de terc-butilo.

8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, de acuerdo con el cual el promotor de adherencia está presente en una cantidad de 0,1 a 10 % en peso con respecto al conjunto de constituyentes.

15 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que** el tejido arquitectónico recubierto que entra en la constitución está formado por un soporte fibroso seleccionado entre el grupo de materiales que comprenden: vidrio, sílice, metales, cerámica, carburo de silicio, carbono, boro, basalto, fibras naturales como algodón, lana, cáñamo, lino, fibras artificiales como viscosa, o fibras de celulosa, fibras sintéticas como poliésteres, poliamidas, poliacrílicos, clorofibras, poliolefinas, cauchos sintéticos, alcohol polivinílico, aramidas, fluorofibras, fenólicos.

20

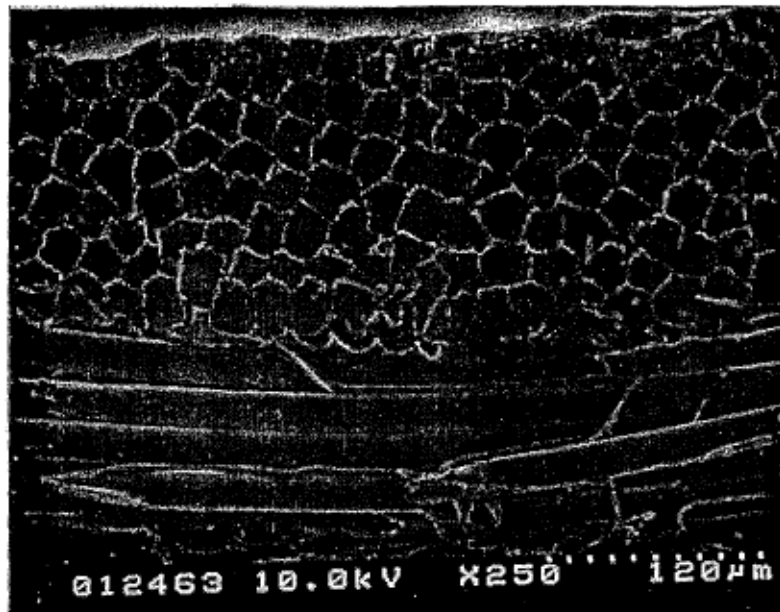


Fig.1

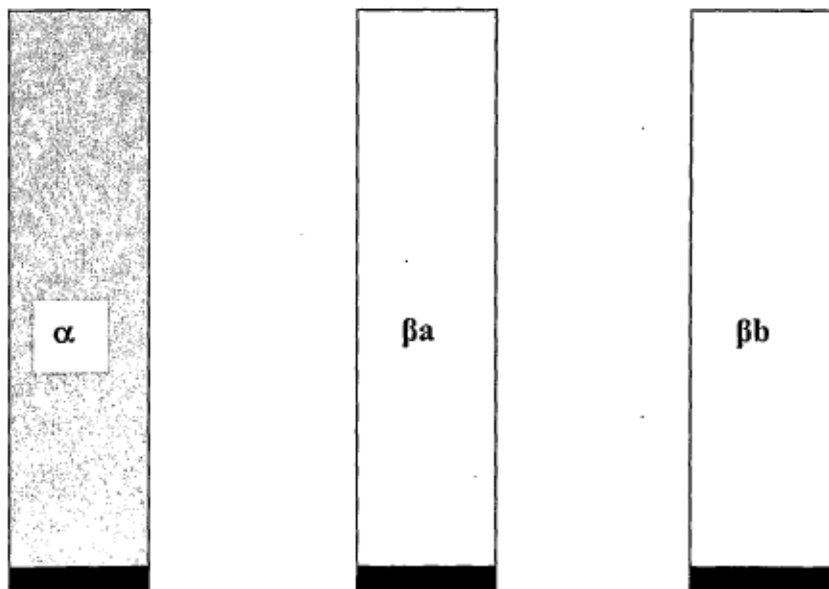


Fig.2