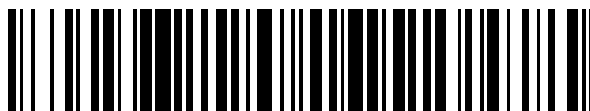


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 788 170**

51 Int. Cl.:

**C09D 201/10** (2006.01)  
**C09D 163/00** (2006.01)  
**C09D 171/02** (2006.01)  
**C08K 5/17** (2006.01)  
**C08K 5/13** (2006.01)  
**C09D 175/04** (2006.01)  
**C08G 65/336** (2006.01)  
**C08G 59/50** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.12.2016 PCT/FR2016/053670**  
 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.07.2017 WO17115046**  
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.12.2016 E 16829425 (4)**  
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020 EP 3397708**

54 Título: **Composición líquida para membrana de estanqueidad**

30 Prioridad:

**28.12.2015 FR 1563372**

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

**20.10.2020**

73 Titular/es:

**BOSTIK SA (100.0%)  
420 rue d'Estienne d'Orves  
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**BECQUET, JÉRÉMY y  
MAYER, ANDRÉ**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 788 170 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 líquida para membrana de estanqueidad

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a una composición líquida de dos componentes que, después de reticulación, permite obtener una membrana de estanqueidad sobre superficies destinadas al tránsito peatonal y/o de vehículos, por ejemplo para terrazas, balcones, techumbres o aparcamientos.

**Antecedentes tecnológicos**

10 La instalación de membranas de estanqueidad en forma de composiciones líquidas es actualmente bien conocida por los profesionales de la construcción, especialmente en aplicaciones en techumbres donde ahora se usan como una alternativa a las membranas en láminas prefabricadas. El uso de composiciones líquidas permite, por una parte, facilitar la instalación en el caso de techumbres con geometrías complejas y para trabajos de renovación y, por otra parte, obtener revestimientos de estanqueidad continuos, flexibles y transparentes que se adhieran a los sustratos.

15 Las composiciones líquidas comprenden uno o varios componentes, más frecuentemente a base de polímeros sintéticos, bien en solución no acuosa bien en dispersión acuosa, que después de la reticulación forman una película espesa impermeable al agua. Entre los polímeros sintéticos utilizados, se pueden citar poliuretanos, polímeros acrílicos, resinas epoxídicas, así como polímeros con terminaciones de alcoxisilanos, siendo los poliuretanos los más frecuentemente utilizados.

20 El inconveniente de la mayoría de las membranas líquidas es el pequeño espesor de la capa de aplicación (aproximadamente 0,5 mm). Dado que la membrana de estanqueidad debe tener un espesor final de aproximadamente 1,5 a 2 mm, es necesario aplicar varias capas sucesivas (3 capas como mínimo); necesitando cada capa varias horas antes de que se pueda aplicar la siguiente, por lo que son necesarios varios días para obtener la membrana de estanqueidad.

25 El documento WO 2014/114639 describe una composición líquida de un solo componente para membranas de estanqueidad, comprendiendo principalmente dicha composición líquida un polímero de poliuretano funcionalizado con funciones isocianato, obtenido a partir de un poliéter-poliol y diisocianato de difenilmetileno. Las membranas obtenidas a partir de las composiciones de este documento no presentan suficiente resistencia al desgarramiento y no permiten el tránsito de peatones sobre la membrana. Por lo tanto, no es posible aplicarlas en terrazas o balcones.

30 El documento JP 2012-246665 describe una composición líquida que comprende un polímero orgánico, una resina epoxídica y un agente endurecedor de las resinas epoxídicas de tipo amina terciaria fenólica. Este documento ilustra composiciones que presentan altos contenidos de agente endurecedor de tipo amina terciaria fenólica lo que conduce a pérdidas en el rendimiento mecánico de la membrana con el tiempo, así como a un fuerte amarilleamiento de esta cuando se expone al calor o a la radiación ultravioleta.

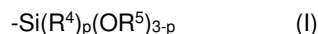
35 El objeto de la presente invención es proporcionar una composición líquida que, después de reticulación, forme una película estanca que presente características mecánicas satisfactorias y duraderas, así como un aspecto visual adecuado, y esto de manera sostenible en el tiempo.

**Sumario de la invención**

Un primer objeto de la presente invención se refiere a una composición líquida de dos componentes que comprende una composición A y una composición B,

comprendiendo dicha composición A:

40 A1) de 20 a 80% en peso de al menos un polímero sililado que comprende al menos uno, preferiblemente al menos dos grupos de fórmula (I):



en la que:

- 45
- R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono, con la posibilidad de que cuando haya varios radicales R<sup>4</sup> (o R<sup>5</sup>), estos últimos sean idénticos o diferentes;
  - p es un número entero igual a 0, 1 o 2;

A2) de 3 a 9% en peso de una mezcla de al menos dos catalizadores distintos (A2-1) y (A2-2) de tipo aromático, siendo el catalizador (A2-1) de tipo fenólico sustituido con al menos una función -(CH<sub>2</sub>)-N

(R<sup>7</sup>R<sup>8</sup>), donde R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> representan, independientemente uno del otro, un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono;

A3) de 0,1 a 2% en peso de al menos un agente de acoplamiento entre el polímero sililado presente en la composición A y la resina epoxídica presente en la composición B;

5 y comprendiendo dicha composición B:

B1) de 10 a 40% en peso de al menos una resina epoxídica;

B2) de 0,2 a 3% en peso de al menos un catalizador para la condensación de silanol;

expresándose los porcentajes en peso con relación al peso total de la composición líquida,

10 eligiéndose la mezcla de al menos los dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) de manera que sean respetadas las dos relaciones siguientes:

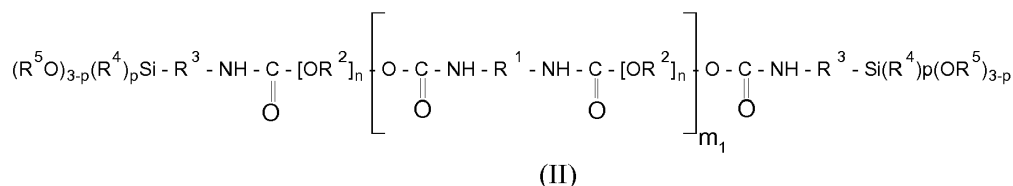
$$(1) 48,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$$

$$(2) 0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,33$$

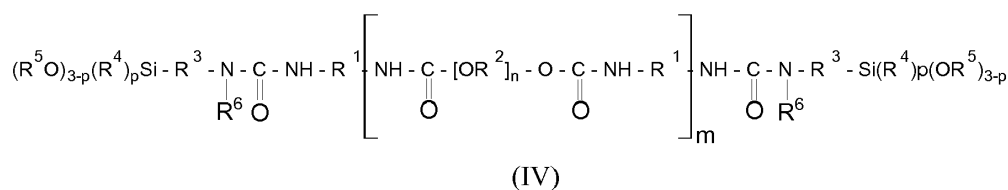
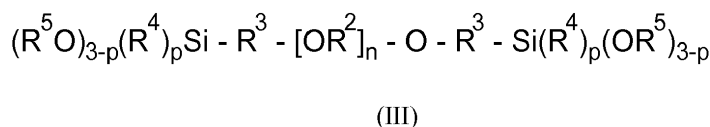
en dichas relaciones (1) y (2):

- 15
- $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones -OH llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
  - $\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  representa el número de funciones -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

Según un modo de realización, el polímero sililado responde a una de las fórmulas (II), (III) o (IV):



20



en las cuales:

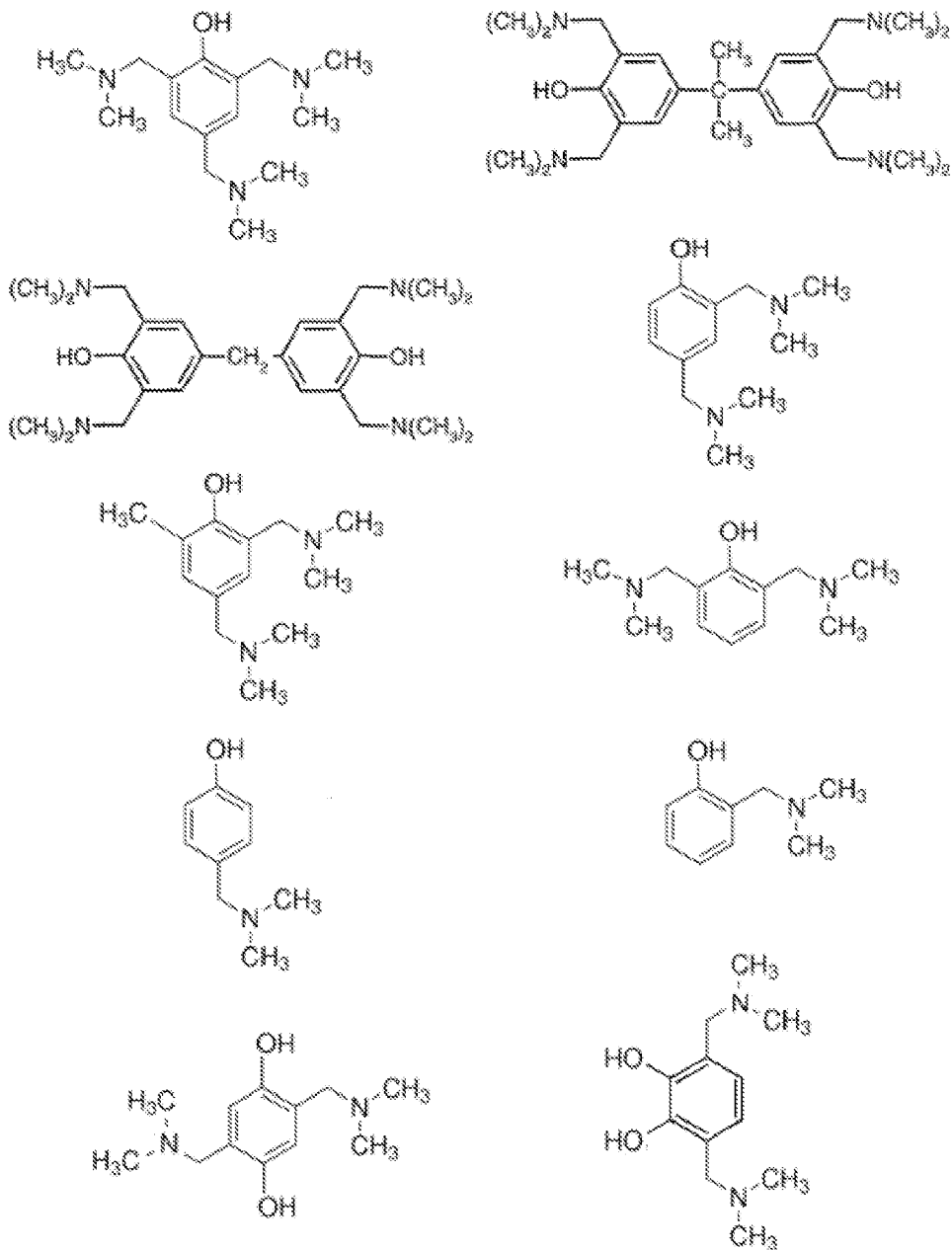
- 25
- R<sup>1</sup> representa un radical hidrocarbonado divalente que comprende de 5 a 15 átomos de carbono que puede ser aromático o alifático, lineal, ramificado o cíclico,
  - R<sup>3</sup> representa un radical alquilo divalente lineal o ramificado que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,
- 30
- R<sup>2</sup> representa un radical alquilo divalente lineal o ramificado que comprende de 2 a 4 átomos de carbono,
  - R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono,
  - R<sup>6</sup> representa un átomo de hidrógeno, un radical fenilo o un radical alquilo lineal, ramificado o cíclico que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,

- n es un número entero, tal que la masa molar media del bloque de poliéter de fórmula  $-\text{[OR}^2\text{]}_n-$  varíe de 200 g/mol a 40000 g/mol,
  - $m_1$  es cero o un número entero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
- 5
- m es un número entero diferente de cero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
  - p es un número entero igual a 0, 1 o 2.

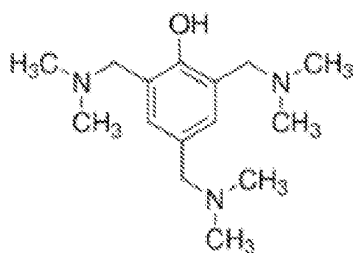
Según un modo de realización de la invención, el catalizador (A2-1) comprende al menos un núcleo fenólico sustituido con al menos dos funciones  $-(\text{CH}_2)-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ , estando estas dos funciones  $-(\text{CH}_2)-\text{N}(\text{CH}_3)_2$  preferiblemente en posición orto con relación al grupo OH.

10

Preferiblemente, el catalizador (A2-1) se elige entre los siguientes compuestos:

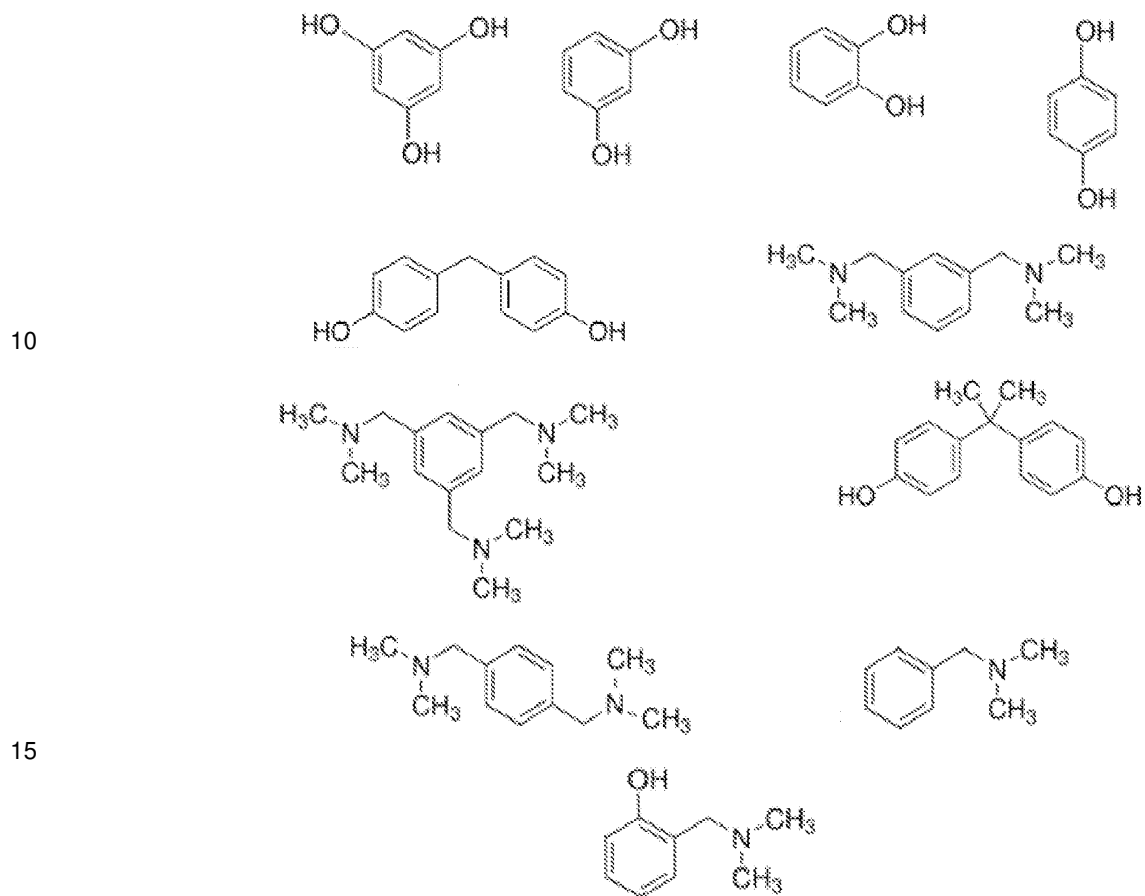


más preferiblemente, el catalizador (A2-1) es el compuesto 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol que responde a la fórmula siguiente:

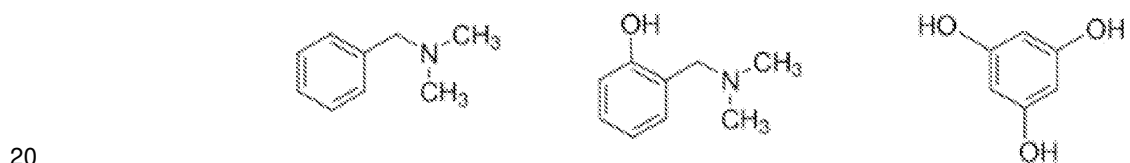


5 Según un modo de realización de la invención, el catalizador (A2-2) diferente del catalizador (A2-1) se elige entre los compuestos aromáticos que comprenden al menos una función hidroxilo o al menos una función  $-(CH_2)-N(CH_3)_2$ .

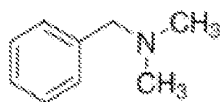
Preferiblemente, el catalizador (A2-2) se elige entre los compuestos siguientes:



más preferiblemente, el catalizador (A2-2) se elige entre los compuestos siguientes:



incluso más preferiblemente, el catalizador (A2-2) es el compuesto dimetilbencilamina que responde a la fórmula siguiente:



Según un modo de realización particular, el catalizador (A2) comprende una mezcla de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol como catalizador (A2-1) y dimetilbencilamina como catalizador (A2-2).

- 5 Según un modo de realización de la invención, las dos relaciones siguientes son respetadas en la composición líquida:

$$(1) 50,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$$

$$(2) 0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,30$$

en dichas relaciones (1) y (2):

- 10 -  $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones -OH llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
- $\Phi((\text{CH}_2)\text{-N}(\text{R}^7\text{R}^8)_2)$  representa el número de funciones -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

- 15 Según un modo de realización de la invención, la resina epoxídica (B1) se deriva del éter diglicídico, preferiblemente un derivado del éter diglicídico del bisfenol A.

Según un modo de realización de la invención, el agente de acoplamiento (A3) es un compuesto bifuncional que comprende al menos una primera función capaz de reaccionar con el polímero sililado (A1) y una segunda función capaz de reaccionar con la resina epoxídica (B1).

- 20 Un segundo objeto de la presente invención se refiere a un kit listo para usar que comprende la composición líquida según la invención, estando acondicionadas las composiciones A y B en dos compartimentos distintos.

La presente invención se refiere igualmente al uso de la composición líquida según la invención o del kit según la invención para la formación de una membrana de estanqueidad.

La presente invención se refiere igualmente a una membrana de estanqueidad obtenida por reticulación de la composición líquida según la invención.

- 25 Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para hacer estanca una superficie, comprendiendo dicho procedimiento la aplicación y luego la reticulación de la composición líquida según la invención sobre dicha superficie.

La presente invención se refiere igualmente a una superficie revestida de una membrana según la invención.

- 30 La presente invención permite proporcionar una composición líquida para membrana de estanqueidad, para su uso en un medio exterior.

La composición líquida según la invención se puede acondicionar en una forma que la haga directamente lista para su empleo por un usuario, y la membrana correspondiente posee una resistencia muy alta al desgarramiento lo que permite el tránsito peatonal y la circulación de vehículos ligeros.

- 35 La membrana de estanqueidad según la invención presenta un alargamiento superior al 300%, lo que permite seguir los movimientos y deformaciones del soporte sin romperse.

La membrana de estanqueidad según la invención hace que los soportes a los que se aplica sean perfectamente estancos al agua.

La resistencia al desgarramiento de la membrana de estanqueidad según la invención permite la circulación, es decir, que se puede caminar sobre ella sin desgarrarla ni ocasionar un agujero que permita el paso del agua.

- 40 La composición líquida según la invención se puede aplicar y adherir a hormigones que presenten una humedad superior al 5% sin desprendimiento ni fenómenos de burbujas. Esto permite reducir el plazo de espera antes de realizar la instalación de la membrana de estanqueidad.

- 45 La composición líquida según la invención se puede aplicar y adherir al hormigón sin imprimación, necesitando la etapa de imprimación un plazo de espera de varias horas. La ausencia de imprimación es por tanto un ahorro de tiempo y dinero.

5 La membrana de estanqueidad obtenida después de reticulación de la composición líquida presenta propiedades mecánicas satisfactorias, en particular un alargamiento satisfactorio en la rotura. El alargamiento en la rotura es una propiedad importante puesto que la membrana debe acompañar las posibles deformaciones de los soportes y permanecer flexible a temperaturas negativas. En caso de rigidez demasiado grande, la membrana podría fisurarse o presentar grietas que permitan el paso del agua.

La membrana de estanqueidad según la invención no se amarillea, incluso bajo el efecto del calor o la radiación UV.

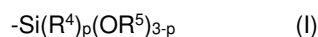
La superficie revestida con la membrana según la invención se vuelve estanca por la aplicación de una sola capa de composición líquida. La membrana de estanqueidad según la invención es una membrana monocapa.

### Exposición detallada de los modos de realización de la invención

10 La presente invención se refiere a una composición líquida de dos componentes que comprende:

- una composición A que comprende:

A1) de 20 a 80% en peso de al menos un polímero sililado que comprende al menos uno, preferiblemente al menos dos grupos de fórmula (I):



15 en la que:

- R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono, con la posibilidad de que cuando haya varios radicales R<sup>4</sup> (o R<sup>5</sup>), estos sean idénticos o diferentes;
- p es un número entero igual a 0, 1 o 2;

20 A2) de 3 a 9% en peso de una mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) de tipo aromático, siendo el catalizador (A2-1) de tipo fenólico sustituido con al menos una función -(CH<sub>2</sub>)-N(R<sup>7</sup>R<sup>8</sup>), donde R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup> representan, independientemente uno del otro, un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono;

25 A3) de 0,1 a 2% en peso de al menos un agente de acoplamiento entre el polímero sililado presente en la composición A y la resina epoxídica presente en la composición B;

- una composición B que comprende:

B1) de 10 a 40% en peso de al menos una resina epoxídica;

B2) de 0,2 a 3% en peso de al menos un catalizador para la condensación de silanol;

expresándose los porcentajes en peso con relación al peso total de la composición líquida,

30 eligiéndose la mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) de manera que sean respetadas las dos relaciones siguientes:

$$(1) 48,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$$

$$(2) 0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,33$$

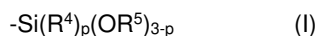
en dichas relaciones (1) y (2):

- 35
- $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones -OH llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
  - $\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  representa el número de funciones -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

40 Según un modo de realización de la invención, la composición líquida según la invención está en forma de dos componentes (dos partes), en la que la composición A se encuentra en un primer compartimento y la composición B se encuentra en un segundo compartimento. Ventajosamente, la composición A y la composición B se mezclan por un mezclado extemporánea antes de la aplicación de la composición líquida sobre el soporte o la superficie que se ha de hacer estanca.

### Polímero sililado (A1)

En la presente invención, se entiende por polímero sililado, un polímero que comprende al menos un grupo alcoxisilano. Preferiblemente, el polímero sililado que comprende al menos un grupo alcoxisilano es un polímero que comprende al menos uno, preferiblemente al menos dos grupos de fórmula (I):



5 en la que:

- R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono, con la posibilidad de que cuando haya varios radicales R<sup>4</sup> (o R<sup>5</sup>), estos sean iguales o diferentes;
- p es un número entero igual a 0, 1 o 2.

10 El polímero sililado tal como se ha definido anteriormente comprende al menos un grupo alcoxisililo reticulable. El grupo alcoxisililo reticulable está localizado preferiblemente en el extremo de dicho polímero. Sin embargo, no está excluida la localización en medio de la cadena. El polímero sililado no está reticulado antes de la aplicación de la composición líquida. La composición líquida se aplica en condiciones que permitan su reticulación.

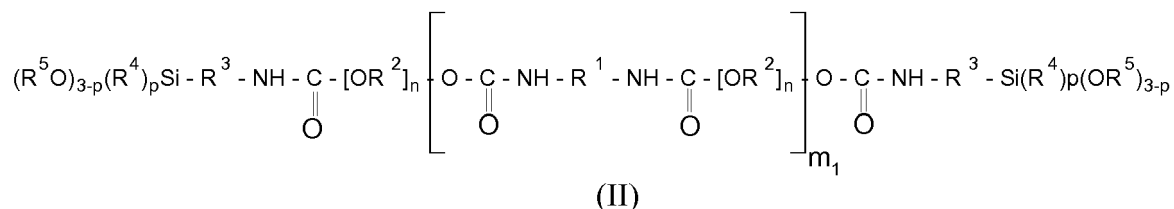
15 El polímero sililado se presenta generalmente en forma de un líquido más o menos viscoso. Preferiblemente, el polímero sililado presenta una viscosidad inferior a 20 Pa.s, midiéndose dicha viscosidad según un método de tipo Brookfield a 23°C y 50% de humedad relativa.

Según un modo de realización, el polímero sililado comprende al menos dos grupos de fórmula (I), preferiblemente al menos tres grupos de fórmula (I), más preferiblemente al menos cuatro grupos de fórmula (I).

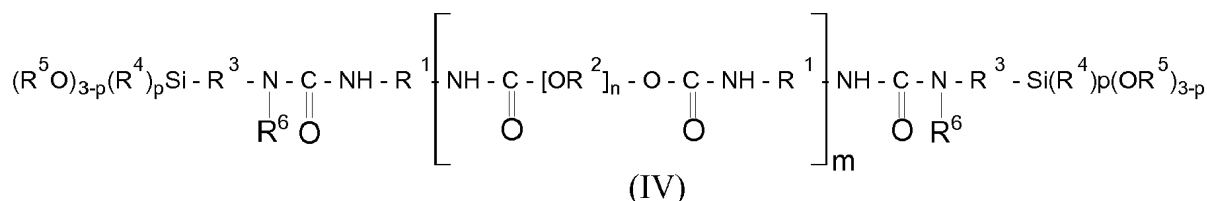
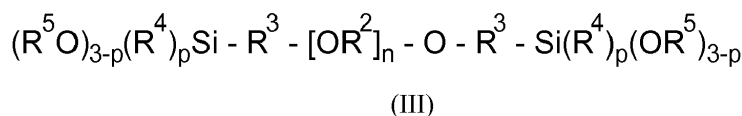
20 Preferiblemente, el o los polímeros sililados presentan una masa molar media que varía de 500 a 50000 g/mol, más preferiblemente que varía de 700 a 20000 g/mol. La masa molar de los polímeros se puede medir por métodos bien conocidos por los expertos en la técnica, por ejemplo, por RMN y cromatografía de exclusión por tamaño usando patrones de tipo polietilenglicol.

Preferiblemente, los polímeros sililados se eligen entre poliuretanos sililados, poliéteres sililados y sus mezclas.

Según un modo de realización, el polímero sililado responde a una de las fórmulas (II), (III) o (IV):



25



30 En las fórmulas (II), (III) y (IV):

- R<sup>1</sup> representa un radical hidrocarbonado divalente que comprende de 5 a 15 átomos de carbono que puede ser aromático o alifático, lineal, ramificado o cíclico,
- R<sup>3</sup> representa un radical alqueno divalente lineal o ramificado que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,
- R<sup>2</sup> representa un radical alqueno divalente lineal o ramificado que comprende de 2 a 4 átomos de carbono,

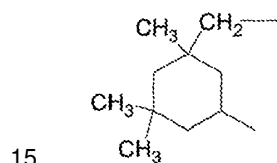
35



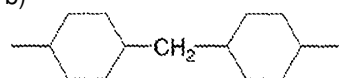
- $R^4$  y  $R^5$ , idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono,
- $R^6$  representa un átomo de hidrógeno, un radical fenilo o un radical alquilo lineal, ramificado o cíclico que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,
- 5 -  $n$  es un número entero, tal que la masa molar media del bloque de poliéter de fórmula  $-(OR^2)_n-$  varíe de 200 g/mol a 40000 g/mol,
- $m_1$  es cero o un número entero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
- 10 -  $m$  es un número entero diferente de cero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
- $p$  es un número entero igual a 0, 1 o 2.

Preferiblemente,  $R^1$  se elige entre uno de los radicales divalentes siguientes cuyas fórmulas a continuación ponen de manifiesto las 2 valencias libres:

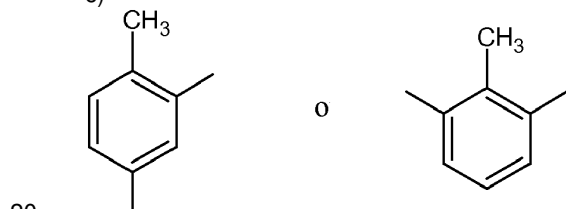
a) el radical divalente derivado de la isoforona:



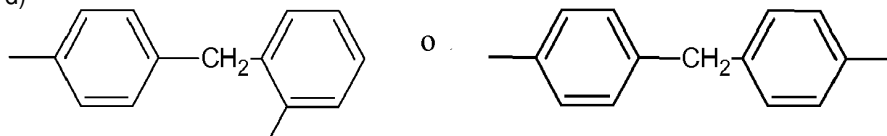
b)



c)

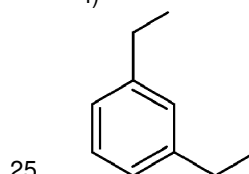


d)



e)  $-(CH_2)_6-$  (o radical hexametileno)

f)



Los polímeros de fórmula (II) se pueden obtener según un procedimiento descrito en los documentos EP 2336208 y WO 2009/106699. Entre los polímeros que responden a la fórmula (II), se pueden citar:

- GENIOSIL® STP-E10 (disponible en Wacker): poliéter que comprende dos grupos (I) de tipo dimetoxi ( $m_1$  igual a 0,  $p$  igual a 1 y  $R^4$  y  $R^5$  representan un grupo metilo) que presentan una masa molar media en número de 8889 g/mol donde  $R^3$  representa un grupo metilo;
- 30

- GENIOSIL® STP-E30 (disponible en Wacker): poliéter que comprende dos grupos (I) de tipo dimetoxi ( $m_1$  igual a 0,  $p$  igual a 1 y  $R^4$  y  $R^5$  representan un grupo metilo) que presenta una masa molar media en número de 14493 g/mol donde  $R^3$  representa un grupo metilo;
- 5 - SPUR+® 1050MM (disponible en Momentive): poliuretano que comprende dos grupos (I) de tipo trimetoxi ( $m_1$  diferente de 0,  $p$  igual a 0 y  $R^5$  representa un grupo metilo) que presenta una masa molar media en número de 16393 g/mol donde  $R^3$  representa un grupo n-propilo;
- SPUR+® Y-19116 (disponible en Momentive): poliuretano que comprende dos grupos (I) de tipo trimetoxi ( $m_1$  diferente de 0 y  $R^5$  representa un grupo metilo) que presenta una masa molar media en número que varía de 15000 a 17000 g/mol donde  $R^3$  representa un grupo n-propilo;
- 10 - DESMOSEAL® S XP 2636 (disponible en Bayer): poliuretano que comprende dos grupos (I) de tipo trimetoxi ( $m_1$  diferente de 0,  $p$  igual a 0 y  $R^5$  representa un grupo metilo) que presenta una masa molar media en número de 15038 g/mol donde  $R^3$  representa un grupo n-propilo.

15 Los polímeros de fórmula (III) se pueden obtener por hidrosililación de poliéter-dialiléter según un procedimiento descrito, por ejemplo, en el documento EP 1829928. Entre los polímeros que responden a la fórmula (III), se puede citar el polímero MS SAX® 350 (disponible en Kaneka) correspondiente a un poliéter que comprende dos grupos (I) de tipo dimetoxi ( $p$  igual a 1 y  $R^4$  representa un grupo metilo) que tiene una masa molar media en número que varía de 14000 a 16000 daltones.

Según un modo de realización preferido de la invención, la composición del revestimiento de estanqueidad líquida comprende al menos un polímero sililado de fórmula (III).

20 Según un modo de realización particular, la composición líquida según la invención no comprende polímero de tipo acrilato o metacrilato o de tipo acrílico o metacrílico.

Según un modo de realización particular, el polímero sililado (A1) según la invención es diferente de un polímero de silicona del tipo polisiloxano.

25 Según un modo de realización de la invención, todos los polímeros sililados de la composición líquida se eligen entre los polímeros de fórmula (II), (III) o (IV) tales como se han definido anteriormente.

El o los polímeros sililados están presentes en una proporción de 20 a 80% en peso, preferiblemente de 40 a 65% en peso, del peso total de la composición líquida.

#### **Catalizadores de tipo aromático (A2)**

Los catalizadores de tipo aromático (A2) permiten la homopolimerización de la resina epoxídica.

30 La composición A comprende una mezcla de al menos dos catalizadores diferentes (A2-1) y (A2-2) de tipo aromático, de los cuales al menos uno de los dos catalizadores es de tipo fenólico sustituido con al menos una función  $-(CH_2)-N(R^7R^8)$  (catalizador denominado A2-1). Preferiblemente, al menos una función OH y al menos una función  $-(CH_2)-N(R^7R^8)$  del catalizador (A2-1) están en posición orto una con relación a la otra en el ciclo aromático.

35 Según un modo de realización de la invención, el catalizador (A2-1) comprende al menos un núcleo fenólico sustituido con al menos dos funciones  $-(CH_2)-N(R^7R^8)$  y preferiblemente en la posición orto respecto al radical OH.

$R^7$  y  $R^8$  representan independientemente uno del otro un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 3 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 2 átomos de carbono.

Según un modo de realización,  $R^7$  y  $R^8$  son idénticos.

Según un modo de realización,  $R^7$  y  $R^8$  son idénticos y representan un grupo metilo.

40 El segundo catalizador de tipo aromático (A2-2) es diferente del primer catalizador (A2-1) y se puede elegir entre compuestos aromáticos que comprenden al menos una función hidroxilo o al menos una función  $-(CH_2)-N(R^7R^8)$ , teniendo  $R^7$  y  $R^8$  el mismo significado que para el catalizador (A2-1).

La mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) se elige de modo que se respeten las dos relaciones siguientes:

45 (1)  $48,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(OH) + \Phi(CH_2-NR^7R^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$

(2)  $0,10 \leq \Phi(OH)/\Phi(CH_2-NR^7R^8) \leq 0,33$

en dichas relaciones:

- $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones -OH llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
- $\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  representa el número de funciones -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

5  $\Phi(\text{OH})$  y  $\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  se pueden determinar de acuerdo con la masa molar de los constituyentes que llevan una o varias funciones -OH y/o -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático y los porcentajes en peso de estos constituyentes en la composición líquida.

Preferiblemente, la mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) se elige de modo que se respeten las dos relaciones siguientes:

- 10 (1)  $50,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$   
 (2)  $0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,30$

Más preferiblemente, la mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) se elige de modo que se respeten las dos relaciones siguientes:

- 15 (1)  $50,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$   
 (2)  $0,15 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,30$

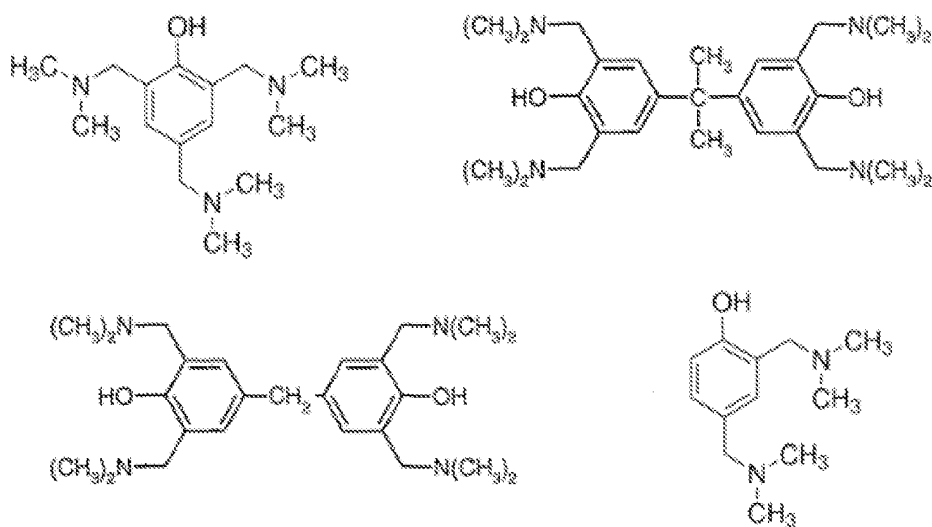
Incluso más preferiblemente, la mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) se elige de modo que se respeten las dos relaciones siguientes:

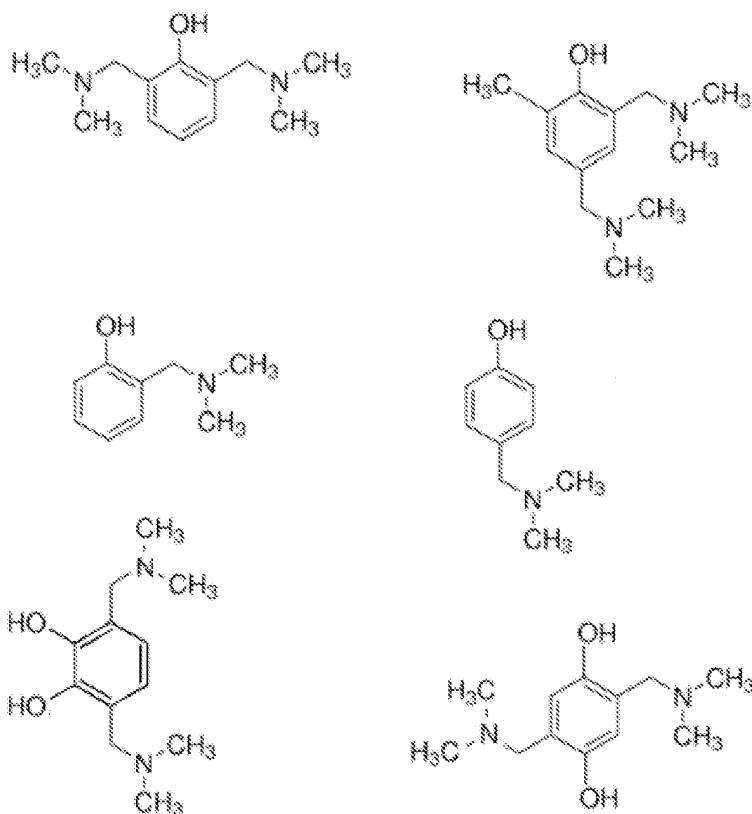
- 20 (1)  $65,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$   
 (2)  $0,15 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,25$ .

Según un modo de realización de la invención, la mezcla de al menos dos catalizadores (A2) representa de 3 a 8% en peso, preferiblemente de 4 a 8% en peso, más preferiblemente de 5 a 7% en peso, con relación al peso total de la composición líquida.

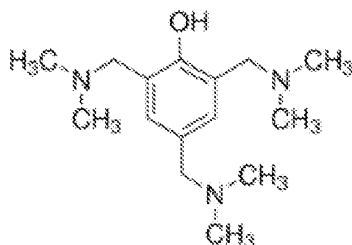
25 Según un modo de realización de la invención, la mezcla de al menos dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) está constituida por dos catalizadores (A2-1) y (A2-2).

Según un modo de realización de la invención, el catalizador (A2-1) se elige sin limitación entre los compuestos siguientes:





- 5 Preferiblemente, el primer catalizador (A2-1) es el compuesto 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol que responde a la fórmula siguiente:



estando disponible comercialmente dicho compuesto 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol con la denominación ANCAMINE® K54 en la sociedad Air Products.

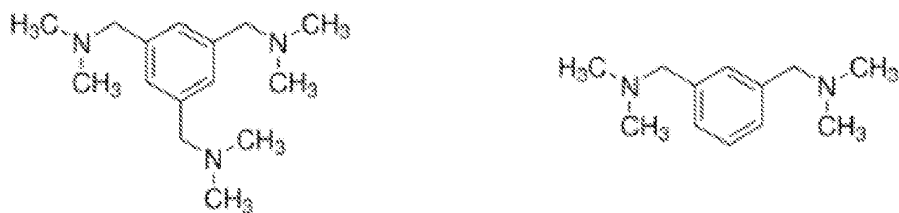
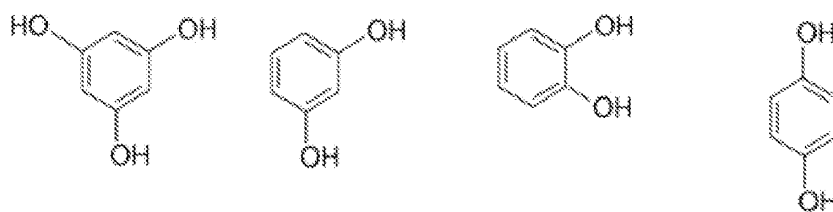
- 10 Preferiblemente, la composición líquida comprende menos de 6% en peso de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, expresado con relación al peso total de la composición líquida.

Cuando la composición comprende altas cantidades de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, por ejemplo 6% en peso, entonces la composición líquida tiende a amarillear con el tiempo, lo que no es satisfactorio para el usuario desde un punto de vista estético.

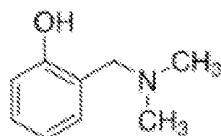
- 15 Más preferiblemente, la composición líquida comprende de 2 a 5% en peso, más preferiblemente de 2,5 a 4% en peso, ventajosamente de 2,7 a 3,7% en peso, de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol, con relación al peso total de la composición líquida.

Según un modo de realización de la invención, el segundo catalizador (A2-2) se puede elegir entre uno de los compuestos enumerados anteriormente, entendiéndose que el catalizador (A2-1) es diferente del catalizador (A2-2).

- 20 Además, el segundo catalizador (A2-2), de la mezcla de al menos dos catalizadores, se puede elegir entre los compuestos siguientes:

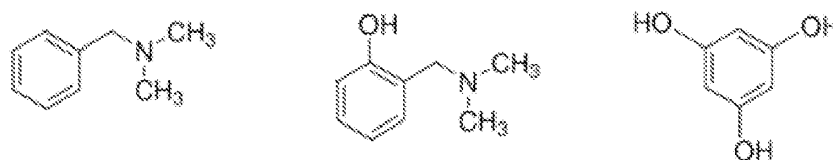


5



10

Según un modo de realización, el catalizador (A2-2) se elige entre los compuestos:



Preferiblemente, el catalizador (A2-2) es el compuesto dimetilbencilamina (BDMA) que responde a la fórmula siguiente:



15

estando disponible comercialmente dicho compuesto dimetilbencilamina en la sociedad Air Products.

Según un modo de realización de la invención, el catalizador (A2) es una mezcla que comprende 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol como catalizador (A2-1) y dimetilbencilamina como catalizador (A2-2). Según este modo

20

- realización, la mezcla comprende preferiblemente:
- de 2 a 5% en peso, preferiblemente de 2,5 a 4% en peso, más preferiblemente de 3,0 a 3,5% en peso, de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol,
  - de 2 a 5,5% en peso, preferiblemente de 2,5 a 4% en peso, más preferiblemente de 3,0 a 3,5% en peso, de dimetilbencilamina,

25

con relación al peso total de la composición líquida.

**Agente de acoplamiento o promotor de adhesión (A3)**

La composición líquida según la invención comprende al menos un agente de acoplamiento (A3), también denominado promotor de adhesión, que permite desempeñar el papel de promotor de adhesión y punto de anclaje entre la resina epoxídica y el polímero sililado.

- 5 Según un modo de realización, el agente de acoplamiento (A3) es un compuesto bifuncional que comprende al menos una primera función capaz de reaccionar con el polímero sililado (A1) y al menos una segunda función capaz de reaccionar con la resina epoxídica (B1).

Según un modo de realización, la primera función capaz de reaccionar con el polímero sililado es una función silano, preferiblemente una función alcoxisilano donde los grupos alcoxi tienen preferiblemente de 1 a 3 átomos de carbono, más preferiblemente una función trialcoxisilano donde los grupos alcoxi tienen preferiblemente 1 átomo de carbono.

- 10 Según un modo de realización, la segunda función capaz de reaccionar con la resina epoxídica se elige entre funciones amina, preferiblemente amina primaria, funciones mercapto (funciones -SH) o funciones epoxídicas.

Preferiblemente, el promotor de adhesión o agente de acoplamiento (A3) se elige entre aminosilanos, mercaptosilanos o epoxisilanos, preferiblemente entre aminosilanos.

- 15 En la presente invención, se entiende por "aminosilano", "mercaptosilano" o "epoxisilano" un compuesto que comprende al menos una función amina, respectivamente mercapto o epoxi, y al menos una función silano.

Según un modo de realización de la invención, la función amina o mercapto o epoxi y la función silano del aminosilano o mercaptosilano o epoxisilano están separadas por un grupo alquilo lineal, ramificado o cíclico que comprende de 1 a 16 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a 12 átomos de carbono, más preferiblemente de 2 a 8 átomos de carbono, ventajosamente de 3 a 6 átomos de carbono.

- 20 Según un modo de realización de la invención, el aminosilano o el mercaptosilano o el epoxisilano se elige entre los compuestos que comprenden una función amina primaria o mercapto o epoxi y una función alcoxisilano, siendo dicha función alcoxisilano, por ejemplo, una función trialcoxisilano. Según este modo de realización, la función alcoxisilano comprende preferiblemente de 1 a 4 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 3 átomos de carbono, ventajosamente de 1 a 2 átomos de carbono.

- 25 Se citaran como ejemplos de promotores de adhesión o agentes de acoplamiento (A3) N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (GENIOSIL® GF 91), 3-aminopropiltrimetoxisilano (SILQUEST® A-1100) los dos disponibles en la sociedad WACKER, N-(beta-aminoetil)-gamma-aminopropiltrimetoxisilano (SILQUEST® A1120) disponible en la sociedad Momentive, (3-mercaptopropil)trimetoxisilano (Dynasytan® MTMO) disponible en la sociedad EVONIK y 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano (GENIOSIL® GF 80) disponible en la sociedad WACKER.

- 30 La composición líquida según la invención puede, según un modo de realización, comprender una mezcla de al menos dos agentes de acoplamiento (A3) diferentes, preferiblemente al menos un aminosilano.

El (o los) promotor(es) de adhesión o agente(s) de acoplamiento se añade(n) así a la composición A.

El promotor de adhesión o agente de acoplamiento representa de 0,1 a 2% en peso, preferiblemente de 0,5 a 1,5% en peso, más preferiblemente de 0,4 a 1,25% en peso, del peso total de la composición líquida.

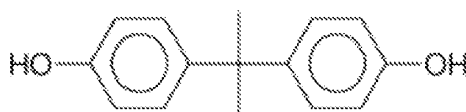
- 35 **Resina epoxídica (B1)**

En la presente invención, la resina epoxídica es un compuesto que comprende al menos dos funciones epoxi, estando preferiblemente dichas funciones epoxi en posición terminal.

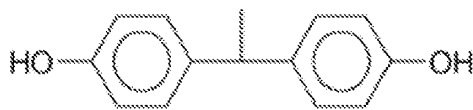
Según un modo de realización, la resina epoxídica (B1) es un derivado del éter diglicídico.

- 40 Los derivados del éter diglicídico que se pueden usar en la composición líquida según la invención son éteres diglicídicos susceptibles de ser obtenidos por reacción de haloepóxidos, tales como epiclorhidrina (denominada igualmente 2-(clorometil)oxirano) o la 1,3-metil-epiclorhidrina con bisfenol A, bisfenol AD o bisfenol F.

El bisfenol A (o 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano) tiene la fórmula:

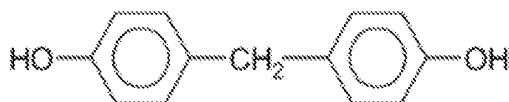


- 45 El bisfenol AD (o 1,1-bis(4-hidroxifenil)etano) tiene la fórmula:

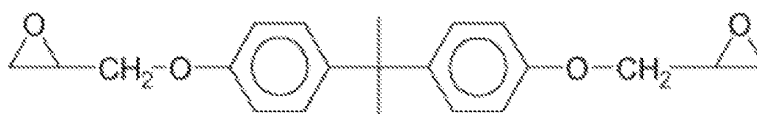


El bisfenol F (bis(4-hidroxifenil)metano) tiene la fórmula:

5



Según un modo de realización de la invención, la resina epoxídica (B1) es un derivado del éter diglicídico de bisfenol A (también conocido por la abreviatura DGEBA), del que se prefiere la fórmula siguiente:



10

Este compuesto está disponible bajo la referencia comercial D.E.R. 331 en la sociedad Dow.

Las resinas epoxídicas (B1) están presentes en una proporción de 10 a 40% en peso, preferiblemente de 20 a 33% en peso, del peso total de la composición líquida.

**Catalizador del polímero sililado (B2)**

15 Los catalizadores B2 usados en la composición líquida según la invención pueden ser cualquier catalizador conocido por los expertos en la técnica para la condensación de silanol en presencia de humedad, tales como aminas o derivados organometálicos de hierro, titanio, aluminio, que en su mayoría están disponibles comercialmente. Como ejemplos, se pueden citar:

- 20 - los derivados orgánicos de titanio, como el acetil-acetonato de titanio (TYZOR® AA75) disponibles comercialmente en la sociedad DuPont),
- los quelatos de aluminio como K-KAT® 5218 disponible en la sociedad King Industries,
- el 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-eno (DBU) o el 1,5-diazabicyclo[4.3.0]non-5-eno (DBN),
- 25 - los derivados orgánicos de estaño (NEOSTANN® S-1 o TIB-KAT® 324) disponibles respectivamente en NITTO KASEI y TIB Chemicals. Estos catalizadores a base de estaño son particularmente adecuados para los polímeros sililados de fórmula (III).

El o los catalizadores (B2) están presentes en una proporción de 0,2 a 3% en peso, preferiblemente de 0,8 a 2,5% en peso, más preferiblemente de 0,4 a 1,25% en peso, del peso total de la composición líquida.

30 Existen catalizadores para la condensación de silanoles del tipo aminosilano. En este caso, se debe añadir la cantidad de catalizador (B2) de tipo aminosilano en la composición líquida además de la cantidad de agente de acoplamiento o promotor de adhesión de tipo aminosilano.

**Otros aditivos**

La composición líquida según la invención también puede comprender cargas minerales u orgánicas. Estas cargas se introducen preferiblemente en la composición B, la parte que comprende el constituyente epoxídico.

35 Las cargas tienen la función de fortalecer la membrana después del endurecimiento. La carga es preferiblemente de tipo mineral, por ejemplo elegida entre arena, bolas de vidrio, vidrio, cuarzo, barita, alúmina, mica, talco. La carga se elige preferiblemente entre talco y bolas de vidrio.

Según otro modo de realización, la composición comprende al menos tres cargas diferentes elegidas entre arena, bolas de vidrio, vidrio, cuarzo, barita, alúmina, mica, talco.

40 Se ha observado que el uso de bolas de vidrio permite más particularmente mantener una buena resistencia al desgarramiento.

## ES 2 788 170 T3

- Las bolas de vidrio usadas en la presente invención tienen preferiblemente una granulometría que varía de 1 a 400  $\mu\text{m}$ , preferiblemente que varía de 10 a 350  $\mu\text{m}$  y preferiblemente que varía de 50 a 300  $\mu\text{m}$ . A modo de ejemplo, se pueden mencionar las bolas de vidrio disponibles en la sociedad POTTERS bajo la referencia comercial SPHERIGLASS® 2024 CP00 que presentan una distribución del tamaño de partículas que varía de 106 a 212  $\mu\text{m}$  y una densidad aparente (medida según ASTM D-3101-78) no apisonadas de alrededor de 1,17  $\text{kg}/\text{m}^3$  y apisonadas de alrededor de 1,26  $\text{kg}/\text{m}^3$ .
- Si se usa talco, su granulometría está comprendida preferiblemente entre 2 y 25  $\mu\text{m}$ , preferiblemente entre 5 y 15  $\mu\text{m}$ . A modo de ejemplo, se mencionará LUZENAC® 20M2 disponible en la sociedad IMERYS Talc.
- Cuando están presentes cargas, pueden representar hasta 50% en peso, preferiblemente de 20 a 40% en peso, del peso total de la composición líquida.
- La composición líquida según la invención también puede comprender al menos un aditivo suplementario elegido entre plastificantes, disolventes, en particular disolventes volátiles, pigmentos orgánicos o inorgánicos, absorbentes de humedad (en inglés "*moisture scavenger*"), estabilizantes frente a UV, estabilizantes térmicos, agentes antiespumantes (en inglés "*defoamers*"). Este o estos otros aditivos suplementarios se añaden preferiblemente a la composición B, con la excepción del (o de los) absorbente(s) de humedad que se añaden a la composición A.
- Como antiespumante, se puede mencionar BYK® 515 A disponible en la sociedad BYK, los antiespumantes DISPARLON OX® 880 EF y DISPARLON® 1958, ambos disponibles en la sociedad KUSOMOTO Chemicals.
- El plastificante se puede elegir por ejemplo, entre ésteres de ácido benzoico, ácido ftálico, ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido fumárico, ácido maleico, ácido itacónico o ácido cítrico o entre los derivados de poliéster, poliéter, aceite mineral hidrocarbonado. Entre los derivados de ácido ftálico, se pueden mencionar los ftalatos, como ftalato de dibutilo, ftalato de dioctilo, ftalato de dicitclohexilo, ftalato de diisooctilo, ftalato de diisodécilo, ftalato de dibencilo o ftalato de butilbencilo. Si el plastificante está presente, se elige preferiblemente entre ftalatos, sebacatos, adipatos y benzoatos.
- El plastificante debe ser compatible con el polímero y no desmezclarse en la composición líquida. El plastificante permite aumentar la plasticidad (alargamiento) de la composición y disminuir su viscosidad.
- Cuando un plastificante está presente en la composición, su contenido es preferiblemente inferior o igual a 5% en peso, preferiblemente inferior o igual a 3% en peso, expresado con relación al peso total de la composición líquida. Cuando está presente, el plastificante representa de 0,1 a 5% en peso o preferiblemente de 0,5 a 3% en peso del peso total de la composición líquida.
- El disolvente es preferiblemente un disolvente volátil a temperatura ambiente (aproximadamente 23°C). El disolvente volátil se puede elegir, por ejemplo entre alcoholes volátiles a temperatura ambiente, tales como etanol o isopropanol. El disolvente volátil permite disminuir la viscosidad de la composición y hacer que la composición líquida sea más fácil de aplicar. La naturaleza volátil del disolvente permite que la membrana, obtenida después de la reticulación de la composición, ya no contenga disolvente y perjudique las propiedades mecánicas de la membrana.
- Cuando un disolvente, en particular un disolvente volátil, está presente en la composición, su contenido es preferiblemente inferior o igual a 3% en peso, preferiblemente inferior o igual a 2% en peso, expresado con relación al peso total de la composición líquida. Cuando está presente, el disolvente, en particular el disolvente volátil, está presente en una proporción de 0,5 a 3% en peso y preferiblemente de 1 a 2% en peso del peso total de la composición líquida.
- Cuando un pigmento está presente en la composición, su contenido es inferior o igual a 3% en peso, preferiblemente inferior o igual a 2% en peso, expresado con relación al peso total de la composición líquida. Cuando está presente, el pigmento está presente en una proporción de 0,1 a 3% en peso y preferiblemente de 0,5 a 2% en peso del peso total de la composición líquida. Los pigmentos pueden ser pigmentos orgánicos o inorgánicos.
- El absorbente de humedad, si está presente, se puede elegir entre viniltrimetoxisilano (VTMO), tal como SILQUEST® A171 disponible en la sociedad MOMENTIVE, viniltrióxido de silicio (VTEO), tal como GENIOSIL® GF 56 disponible en la sociedad WACKER o alcoxiarilsilanos, tal como GENIOSIL® XL 70 disponible en la sociedad WACKER.
- Dicho absorbente de humedad se puede añadir a la composición A para evitar que reaccione el polímero sililado.
- Cuando un absorbente de humedad está presente en la composición, su contenido es preferiblemente inferior o igual a 3% en peso, más preferiblemente inferior o igual a 2% en peso, expresado con relación al peso total de la composición líquida. Cuando está presente, el absorbente de humedad está presente en una proporción de 0,5 a 3% en peso y preferiblemente de 1 a 2% en peso del peso total de la composición líquida.



Se pueden añadir estabilizantes frente a UV y térmicos para prevenir (ralentizar o impedir) la degradación del polímero para una mejor resistencia a la radiación UV o a los choques térmicos. A modo de ejemplo, se mencionarán TINUVIN® 123, TINUVIN® 326 o IRGANOX® 245 disponibles en la sociedad BASF.

- 5 Opcionalmente se puede añadir agua como componente, debido a la naturaleza reticulable por humedad de la composición líquida según la presente invención. Preferiblemente, el agua se añade luego a la composición B. Dado que los polímeros sililados se reticulan por la humedad del aire, la adición de agua puede permitir acelerar el aumento de la cohesión de la membrana, lo cual es particularmente útil en caso de grandes espesores (superiores a 0,5 mm) para acelerar la reacción de reticulación del polímero sililado. Es posible utilizar agua del grifo o agua industrial o agua destilada, etc. Con respecto a la cantidad de agua añadida, el contenido varía de 0,1 a 1% del peso del polímero sililado. Una cantidad inferior a 0,1% no permitiría acelerar suficientemente la reacción y una cantidad superior a 1% podría causar pérdidas de adherencia.

### **Composición líquida**

15 Según un modo de realización particular de la invención, la composición líquida comprende:

- una composición A que comprende:

- o de 20 a 80% en peso, preferiblemente de 40 a 65% en peso, de al menos un polímero sililado (A1),
- o de 3 a 9% en peso, preferiblemente de 4 a 8% en peso, de una mezcla de al menos dos catalizadores amínicos para el derivado de éter diglicídico (A2)
- 20 o de 0,1 a 2% en peso, preferiblemente de 0,5 a 1,5% en peso, de al menos un promotor de adhesión o agente de acoplamiento (A3) del tipo aminosilano,

- una composición B que comprende:

- o de 10 a 40% en peso, preferiblemente de 20 a 33% en peso, de derivado de éter diglicídico (B1), y
- 25 o de 0,2 a 3% en peso, preferiblemente de 0,8 a 2,5% en peso de un catalizador para el polímero sililado (B2),

estando expresados los porcentajes con relación al peso total de la composición líquida.

La composición líquida no está reticulada antes de su aplicación sobre el soporte. La composición líquida se aplica en condiciones que permitan su reticulación. La reticulación de la composición líquida da como resultado la formación de un retículo polimérico tridimensional entre las cadenas poliméricas del polímero sililado y la resina epoxídica.

### **Kit listo para usar**

La invención se refiere también a un kit listo para usar que comprende la composición líquida según la invención, estando las composiciones A y B acondicionadas en dos compartimentos distintos.

### **Procedimiento de preparación de la composición líquida según la invención.**

35 La presente invención se refiere también a un procedimiento de preparación de la composición líquida según la invención.

El procedimiento de preparación de la composición A comprende mezclar los constituyentes de la composición A al abrigo de la humedad, preferiblemente en condiciones anhidras y bajo una atmósfera inerte, por ejemplo bajo una atmósfera de nitrógeno, preferiblemente a presión atmosférica. Se puede efectuar una puesta a vacío para eliminar las burbujas de la mezcla. La composición A de la composición líquida se acondiciona preferiblemente en ausencia de aire, en particular al abrigo de la humedad del aire en un envase hermético. La parte sililada (composición A) se conserva, por ejemplo, en una atmósfera inerte (atmósfera de nitrógeno) y/o en bolsas a vacío, en particular bolsas de aluminio que son particularmente muy adecuadas.

45 El procedimiento de preparación de la composición B comprende mezclar los constituyentes de la composición B. Este mezclado se puede llevar a cabo a temperatura ambiente (23°C) y a presión atmosférica. Se puede efectuar una puesta a vacío para eliminar las burbujas de la mezcla. La parte de resina epoxídica (composición B) no requiere una atmósfera inerte o puesta bajo vacío, y se acondiciona en un cubo metálico.

La puesta en práctica de la composición líquida comprende mezclar la composición A con la composición B. Las dos composiciones A y B de la composición líquida están destinadas a ser mezcladas por un mezclamiento extemporáneo, durante el uso de dicha composición líquida para realizar la membrana de estanqueidad.

- 5 Durante la aplicación de la composición líquida, el usuario mezcla las 2 composiciones A y B preferiblemente en una proporción de 1 a 1 en peso usando por ejemplo, un mezclador rotatorio equipado con una pala batidora.

### **Realización de la estanqueidad**

La presente invención se refiere al uso de la composición líquida según la invención o del kit según la invención para la formación de una membrana de estanqueidad.

- 10 La presente invención se refiere también a una membrana de estanqueidad obtenida por reticulación de la composición líquida según la invención. De hecho, la composición líquida, después de mezclar las dos composiciones A y B se reticulará y formará una membrana estanca, pudiendo permitir la humedad atmosférica acelerar la reticulación de la composición líquida.

La membrana según la invención puede tener, por ejemplo, un espesor superior o igual a 1,5 mm, variando preferiblemente de 1,5 mm a 3 mm.

- 15 La presente invención se refiere igualmente a un procedimiento para hacer estanca una superficie, comprendiendo dicho procedimiento la aplicación y reticulación de la composición líquida según la invención sobre dicha superficie.

La aplicación de la composición líquida se puede llevar a cabo en presencia de humedad atmosférica que favorece la reticulación.

- 20 Según un modo de realización, la composición líquida se calienta a una temperatura que varía de 25°C a 40°C, lo que acelera la velocidad de reticulación.

La superficie se puede elegir entre hormigón, antiguos revestimientos de estanqueidad del tipo poliuretano alifático, poliuretano en fase acuosa, antiguas membranas bituminosas, revestimientos de cubetas de acero o aluminio.

Preferiblemente, no está presente ninguna una capa de imprimación entre la membrana según la invención y la superficie que se ha de hacer estanca.

- 25 La superficie puede estar húmeda y comprender, por ejemplo, hasta 5% de humedad.

La composición líquida según la invención se puede aplicar por cualquier procedimiento conocido por los expertos en la técnica, por ejemplo, usando una espátula con muesca, una rasqueta, una brocha, un pincel, una pistola pulverizadora o usando un rodillo para pintura.

- 30 Preferiblemente, el procedimiento de estanqueidad comprende una sola etapa de aplicación de la composición líquida. Por lo tanto, la membrana de estanqueidad según la invención es preferiblemente una membrana "monocapa".

La presente invención se refiere igualmente a una superficie revestida con una membrana según la invención.

- 35 Preferiblemente, la superficie se elige entre hormigón, antiguos revestimientos de estanqueidad del tipo poliuretano alifático, poliuretano en fase acuosa, antiguas membranas bituminosas, revestimientos de cubetas de acero o aluminio.

Preferiblemente, la membrana de acuerdo con la invención presenta un espesor superior o igual a 1,5 mm, que preferiblemente varía de 1,5 mm a 3 mm.

Preferiblemente, no está presente ninguna una capa de imprimación entre la membrana según la invención y la superficie.

- 40 Preferiblemente, la superficie revestida según la invención comprende una única membrana de estanqueidad, obtenida después de una sola aplicación de la composición líquida según la invención.

### **Ejemplos**

#### **Ejemplo 1: Comparación de las diferentes tecnologías existentes con la de la invención.**

- 45 La Tabla 1 a continuación compara diferentes tecnologías existentes (epoxídica, polímero sililado, poliuretano, acrílica) con la composición según la invención (dos componentes epoxídico-polímero epoxídico) para la preparación de la composición líquida para membrana de estanqueidad frente a varias características:

- estabilidad del color, evaluada visualmente: un "no" significa que el color de la membrana estanca no es estable (amarilleamiento con el tiempo), un "sí" significa que el color de la membrana estanca es estable (sin amarillamiento con el tiempo);
- resistencia al desgarramiento, medida según la norma ISO 34-1 (método A, "probeta pantalón"): un "sí" significa que la resistencia al cizallamiento de la membrana (en inglés "Tear Strength") es superior o igual a 8 N/mm, un "no" significa que la resistencia al cizallamiento de la membrana es inferior a 8 N/mm;
- adhesión sobre hormigón húmedo, evaluada midiendo la adherencia usando un dinamómetro SATTEC: un "sí" significa que la adhesión sobre hormigón húmedo es superior o igual a 0,05 N/mm<sup>2</sup> y un "no" significa que la adhesión sobre hormigón húmedo es inferior a 0,05 N/mm<sup>2</sup>;
- adhesión sobre hormigón sin imprimación, evaluada midiendo la adherencia usando un dinamómetro SATTEC: un "sí" significa que la membrana se adhiere al hormigón sin necesidad de una imprimación (capa intermedia entre el hormigón y la membrana) y un "no" significa que la membrana no se adhiere al hormigón si no hay imprimación, se considera que no hay adherencia cuando la adhesión es inferior a 0,05 N/mm<sup>2</sup>;
- alargamiento superior a 300%, medido según la norma ISO 527-1: un "sí" significa que la membrana presenta un alargamiento superior a 300%, un "no" significa que la membrana presenta un alargamiento inferior a 300%.

Tabla 1: Comparación de diferentes tecnologías.

Tecnología / Características	Epoxídica	Polímero SMP	Poliuretano	Acrílica	Composición según la invención.
Estabilidad del color	no	si	si	si	si
Resistencia al desgarramiento	no	no	si	si	si
Adhesión sobre hormigón húmedo	si	si	no	no	si
Adhesión sobre hormigón sin imprimación.	si	si	no	no	si
Alargamiento superior a 300%	no	si	si	si	si
Número de capas para alcanzar 1,5 mm de producto seco.	1 capa	1 capa	3 capas	3 capas	1 capa

La membrana según la invención, obtenida después de reticulación de la composición líquida según la invención, presenta rendimientos excelentes para todas las características evaluadas. En particular, su color es estable, presenta buena resistencia al desgarramiento y una sola capa es suficiente para obtener una membrana de 1,5 mm de espesor.

**Ejemplo 2. Preparación de composiciones líquidas**

Los siguientes productos se usaron en los ejemplos en la fabricación de las composiciones líquidas:

- Polímero sililado (A1):
  - o MS Polymer® SAX350 disponible en la sociedad KANEKA
- Aminosilano como promotor de adhesión y agente de acoplamiento (A3):
  - o SILQUEST® A1120 o N-(beta-aminoetil)-gamma-aminopropiltrimetoxisilano disponible en la sociedad MOMENTIVE.

- Catalizadores amínicos (A2):
  - o ANCAMINE® K54 o 2,4,6-Tri(dimetilaminometil)fenol disponible en la sociedad AIR PRODUCTS.
  - o BDMA o dimetilbencilamina disponible en la sociedad AIR PRODUCTS.
  - o BDMA fenólico: (dimetilaminometil)fenol (CAS 25338-55-0).
- 5 - Resina epoxídica (B1):
  - o DER® 331, derivado del éter diglicídilico disponible en la sociedad Dow.
- Catalizador de estaño (para el polímero sililado) (B2):
  - o TIB KAT® 216 (dilaurato de dioctilestaño) disponible en la sociedad TIB KAT.
- Otro aditivo:
- 10 o SILQUEST® A171 o viniltrimetoxisilano (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>SiCH=CH<sub>2</sub> disponible en la sociedad MOMENTIVE.

Los ejemplos de composiciones líquidas se prepararon según el siguiente modo operativo:

**Composición A:** En un mezclador con agitación bajo nitrógeno se introducen los siguientes constituyentes preferiblemente en el orden siguiente:

- i) Polímero sililado,
- 15 ii) Catalizador amínico,
- iii) Silquest® A1120,
- iv) Silquest® A171.

La composición A se acondiciona luego en una bolsa de aluminio bajo vacío.

20 **Composición B:** En un mezclador con agitación se introducen los siguientes constituyentes preferiblemente en el orden siguiente:

- i) Derivado de éter diglicídilico,
- ii) Catalizador a base de estaño para polímero sililado,
- iii) Agua (del grifo).

La composición B se acondiciona en un cubo metálico.

25 Las cantidades de cada uno de los constituyentes se indican en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2: Cantidades de los ingredientes de las composiciones líquidas ensayadas.

Composición A	SAX® 350	62,305 gramos
Composición A	Catalizador amínico	Véanse las Tablas 3 y 4 a continuación
Composición A	SILQUEST® A171	0,620 gramos
Composición A	SILQUEST® A1120	1,245 gramos
Composición B	DER® 331	31,150 gramos
Composición B	TIB KAT® 216	1,245 gramos
Composición B	H <sub>2</sub> O (agua del grifo)	0,312 gramos

Para la composición A, se compararon diferentes sistemas catalíticos (catalizador para constituyente epoxídico), en efecto, se ensayaron varios catalizadores amínicos. La Tabla 3 indica los catalizadores amínicos que se ensayaron para las composiciones comparativas Comp1 a Comp7. La Tabla 3 da igualmente la suma  $\Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  y la relación  $\Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  tales como se han definido anteriormente en la presente solicitud.

5 Tabla 3: Catalizadores amínicos para el constituyente epoxídico (sistemas catalíticos comparativos)

	Catalizador amínico para el constituyente epoxídico (% en peso con respecto al peso total de la composición líquida)	$\Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$ (meq/g)	$\Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$
Comp1	1,6% de ANCAMINE® K54 + 6,2% de BDMA	69,97	0,09
Comp2	1,6% de ANCAMINE® K54 + 9,2% de BDMA	92,16	0,07
Comp3	3,2% de ANCAMINE® K54	48,23	0,33
Comp4	3,2% de ANCAMINE® K54 + 1,6% de fenol	59,98	0,66
Comp5	3,2% de ANCAMINE® K54 + 5% de BDMA + 0,8% de fenol	91,08	0,25
Comp6	11% de BDMA + 3,2% de fenol	81,35	0,00
Comp7	6,2% de BDMA fenólico	82,01	1,00
Comp8	6,2% de BDMA + 1,6% de fenol	57,60	0,26

La Tabla 4 indica los catalizadores amínicos que se ensayaron para las composiciones 1 a 3 según la invención. La Tabla 4 también da la suma  $\Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  y la relación  $\Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$ , tales como se han definido anteriormente en la presente solicitud.

10

Tabla 4: Catalizadores amínicos para el constituyente epoxídico (sistema catalítico según la invención)

	Catalizador amínico para el constituyente epoxídico (% en peso con respecto al peso total de la composición líquida)	$\Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$	$\Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$
1	1,6% de ANCAMINE® K54 + 4,8% de BDMA	59,62	0,11
2	3,2% de ANCAMINE® K54 + 3,2% de BDMA	71,90	0,20
3	3,2% de ANCAMINE® K54 + 5% de BDMA	85,21	0,16

### Ejemplo 3: Evaluación de los rendimientos de las composiciones.

15 Durante la aplicación de la composición líquida, las dos composiciones A y B se mezclan en una proporción de 1 a 1 en peso usando un mezclador giratorio equipado con una pala batidora. Para los ejemplos, la composición líquida se aplica por un rodillo a una superficie antiadherente de tipo Teflón de modo que la película endurecida se pueda retirar al día siguiente.

20 Las mediciones de resistencia al desgarramiento de la membrana obtenida después de reticulación de la composición líquida se llevaron a cabo según la norma NF ISO 34-1 de 2010 A método A (probetas pantalones). Se realizaron tres medidas diferentes de resistencia al desgarramiento:

- Ensayo 1: efectuado 7 días después de la fabricación de la membrana, habiéndose conservado la membrana a 23°C y 50% de humedad relativa durante estos 7 días,

## ES 2 788 170 T3

- Ensayo 2: efectuado 14 días después de la fabricación de la membrana, habiéndose conservado la membrana durante 7 días a 23°C al aire y luego 7 días a 80°C al aire,
- Ensayo 3: ensayo realizado 14 días después de la fabricación de la membrana, habiéndose conservado la membrana durante 7 días a 23°C al aire y luego 7 días a 80°C bajo agua.

5

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5: Mediciones de resistencia al desgarramiento (valores expresados en N/ mm)

	Ensayo 1 (N/mm)	Ensayo 2 (N/mm)	Ensayo 3 (N/mm)
Comp1	10	5,84	15,6
Comp2	5	-	-
Comp3	6,5	16	15
Comp4	8,2	-	-
Comp5	18	6	14,63
Comp6	2	-	-
Comp7	6,12	-	-
Comp8	2,32	-	-
1	10,8	11,18	17,54
2	15,2	17,61	21,78
3	11,8	13,99	18,51

10

Para obtener una membrana que tenga propiedades satisfactorias, es preferible que la resistencia al cizallamiento sea superior o igual a 10 N/mm para cada uno de los ensayos efectuados, ilustrando las diferentes condiciones de uso de la membrana de estanqueidad.

15

Así, se observa que las composiciones 1 a 3 según la invención permiten obtener una membrana de estanqueidad que presenta una resistencia al cizallamiento que sea superior a 10 N/mm para todos los ensayos. En particular, la composición 2 según la invención presenta una excelente resistencia al desgarramiento para los tres ensayos (superior a 15 N/mm).

Por el contrario, los ejemplos comparativos Comp1, Comp4 y Comp7 son ejemplos en los que la mezcla de al menos dos catalizadores no satisface la relación (2)  $\Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$ . Estos ejemplos no permiten obtener buenos resultados para los tres ensayos.

20

El Ejemplo comparativo Comp3 es un ejemplo en el que la composición líquida comprende un único catalizador para el constituyente epoxídico. Este ejemplo no permite obtener buenos resultados para los tres ensayos.

El Ejemplo comparativo Comp5 es un ejemplo en el que la mezcla de al menos dos catalizadores no satisface la relación (1)  $\Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$ . Este ejemplo no permite obtener buenos resultados para los tres ensayos.

25

El ejemplo comparativo Comp8 es un ejemplo en el que la composición líquida no comprende al menos un catalizador de tipo fenólico sustituido con al menos una función  $\text{-(CH}_2\text{)-N(R}^7\text{R}^8)$ , sabiendo que la mezcla de al menos dos catalizadores del ejemplo Comp8 satisface las relaciones (1) y (2). Este ejemplo no permite obtener un buen resultado en el ensayo 1.

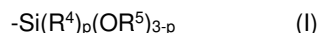
Además, la membrana según la invención presenta un color estable, sin amarillamiento con el tiempo. Además, las composiciones líquidas que comprenden solo ANCAMINE® K54 como catalizador para el constituyente epoxídico (A2) conducen a membranas que no satisfacen los tres ensayos descritos anteriormente.

30

**REIVINDICACIONES**

1. Composición líquida en forma de dos componentes que comprende una composición A y una composición B, comprendiendo dicha composición A:

5 A1) de 20 a 80% en peso de al menos un polímero sililado que comprende al menos uno, preferiblemente al menos dos grupos de fórmula (I):



en la que:

- 10
  - $\text{R}^4$  y  $\text{R}^5$ , idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono, con la posibilidad de que cuando haya varios radicales  $\text{R}^4$  (o  $\text{R}^5$ ), estos últimos sean idénticos o diferentes;
  - $p$  es un número entero igual a 0, 1 o 2;

15 A2) de 3 a 9% en peso de una mezcla de al menos dos catalizadores distintos (A2-1) y (A2-2) de tipo aromático, siendo el catalizador (A2-1) de tipo fenólico sustituido con al menos una función  $-(\text{CH}_2)\text{-N}(\text{R}^7\text{R}^8)$ , donde  $\text{R}^7$  y  $\text{R}^8$  representan, independientemente uno del otro, un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono;

A3) de 0,1 a 2% en peso de al menos un agente de acoplamiento entre el polímero sililado presente en la composición A y la resina epoxídica presente en la composición B;

y comprendiendo dicha composición B:

B1) de 10 a 40% en peso de al menos una resina epoxídica;

20 B2) de 0,2 a 3% en peso de al menos un catalizador para la condensación de silanol;

expresándose los porcentajes en peso con relación al peso total de la composición líquida,

eligiéndose la mezcla de al menos los dos catalizadores (A2-1) y (A2-2) de manera que sean respetadas las dos relaciones siguientes:

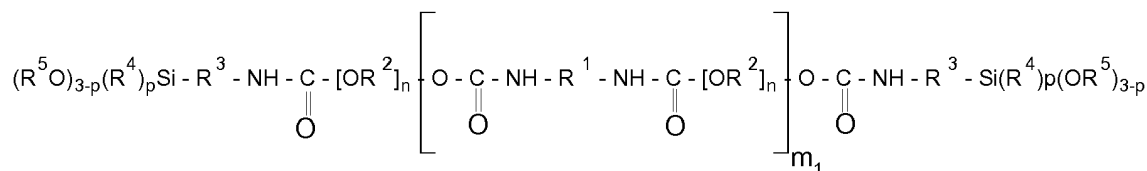
$$(1) 48,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$$

$$25 (2) 0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,33$$

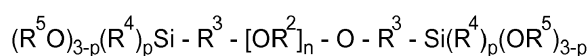
en dichas relaciones (1) y (2):

- $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones  $-\text{OH}$  llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
- 30 -  $\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8)$  representa el número de funciones  $-\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8$  llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

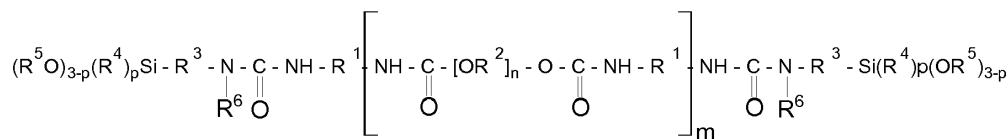
2. Composición líquida según la reivindicación 1, en la cual el polímero sililado responde a una de las fórmulas (II), (III) o (IV):



(II)



(III)



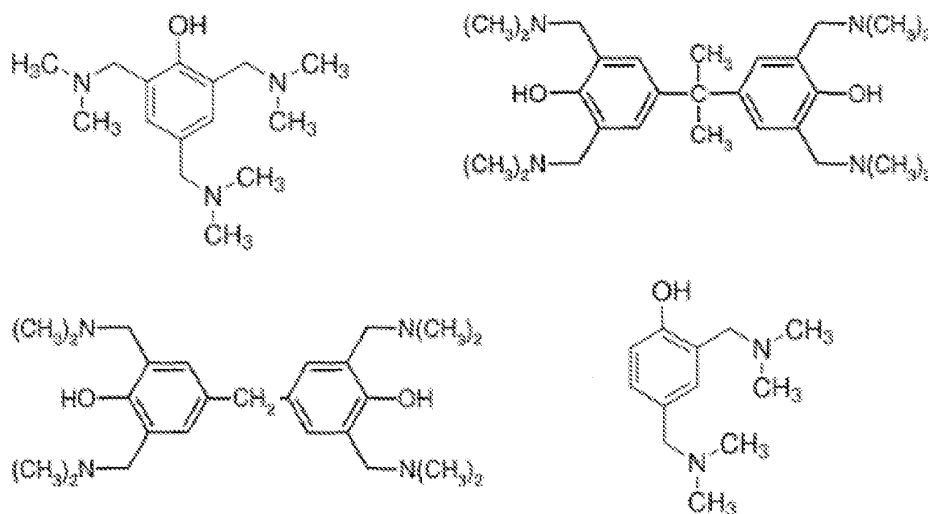
(IV)

en las cuales:

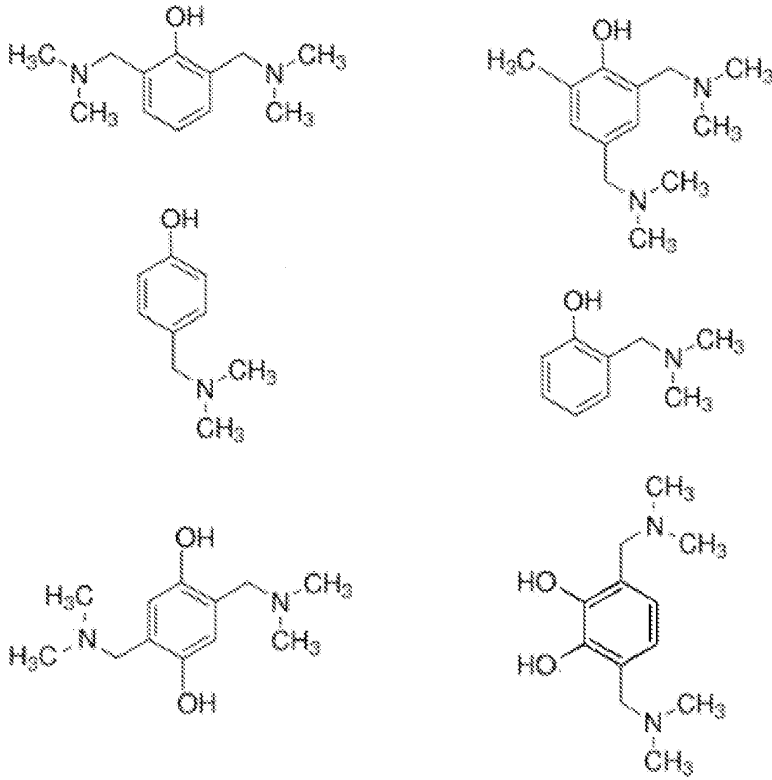
- 5 - R<sup>1</sup> representa un radical hidrocarbonado divalente que comprende de 5 a 15 átomos de carbono que puede ser aromático o alifático, lineal, ramificado o cíclico,
- R<sup>3</sup> representa un radical alqueno divalente lineal o ramificado que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,
- R<sup>2</sup> representa un radical alqueno divalente lineal o ramificado que comprende de 2 a 4 átomos de carbono,
- 10 - R<sup>4</sup> y R<sup>5</sup>, idénticos o diferentes, representa cada uno un radical alquilo lineal o ramificado que comprende de 1 a 4 átomos de carbono,
- R<sup>6</sup> representa un átomo de hidrógeno, un radical fenilo o un radical alquilo lineal, ramificado o cíclico que comprende de 1 a 6 átomos de carbono,
- n es un número entero, tal que la masa molar media del bloque de poliéter de fórmula -[OR<sup>2</sup>]<sub>n</sub>- varíe de 200 g/mol a 40000 g/mol,
- 15 - m<sub>1</sub> es cero o un número entero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
- m es un número entero diferente de cero, tal que la masa molar media del polímero varíe de 500 g/mol a 50000 g/mol,
- 20 - p es un número entero igual a 0, 1 o 2.

3. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 2, en la que el catalizador (A2-1) comprende al menos un núcleo fenólico sustituido con al menos dos funciones -(CH<sub>2</sub>)-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, estando estas dos funciones -(CH<sub>2</sub>)-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> preferiblemente en la posición orto con relación al grupo OH.

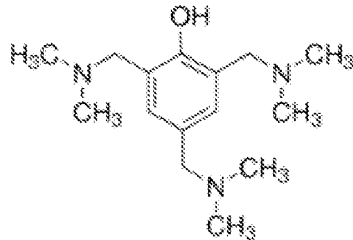
4. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el catalizador (A2-1) se elige entre los siguientes compuestos.



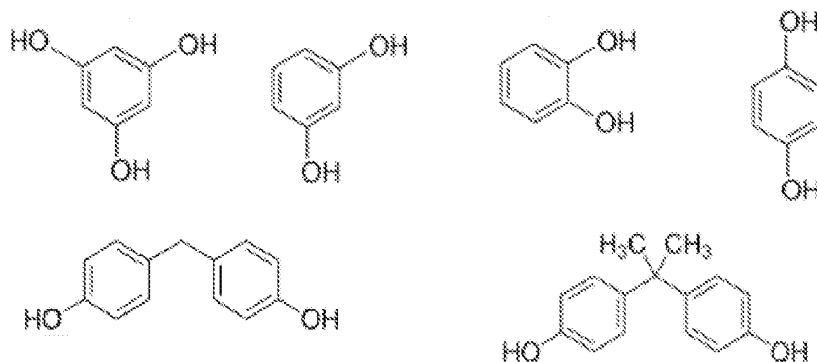


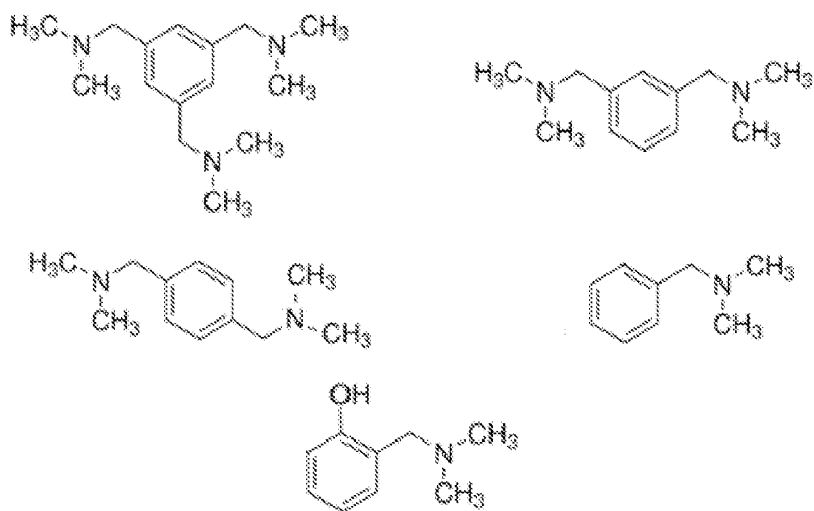


- 5 preferiblemente el catalizador (A2-1) es el compuesto 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol que responde a la fórmula siguiente:



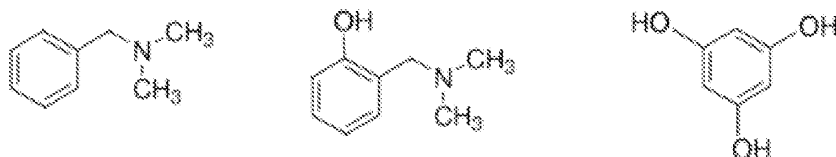
- 10 5. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el catalizador (A2-2) diferente del catalizador (A2-1) se elige entre compuestos aromáticos que comprenden al menos una función hidroxilo o al menos una función  $-(CH_2)-N(CH_3)_2$ .
- 15 6. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el catalizador (A2-2) se elige entre los siguientes compuestos:



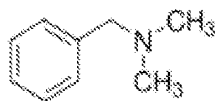


5

preferiblemente, el catalizador (A2-2) se elige entre los compuestos siguientes:



más preferiblemente el catalizador (A2-2) es el compuesto dimetilbencilamina, que responde a la fórmula siguiente:



10

7. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el catalizador (A2) comprende una mezcla de 2,4,6-tri(dimetilaminometil)fenol como catalizador (A2-1) y dimetilbencilamina como catalizador (A2-2).

8. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 7, en la que se respetan las dos relaciones siguientes:

$$(1) 50,00 \text{ meq/g} \leq \Phi(\text{OH}) + \Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 90,00 \text{ meq/g}$$

15

$$(2) 0,10 \leq \Phi(\text{OH})/\Phi(\text{CH}_2\text{-NR}^7\text{R}^8) \leq 0,30$$

en dichas relaciones (1) y (2):

- $\Phi(\text{OH})$  representa el número de funciones -OH llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida;
- $\Phi((\text{CH}_2)\text{-N}(\text{R}^7\text{R}^8)_2)$  representa el número de funciones -CH<sub>2</sub>-NR<sup>7</sup>R<sup>8</sup> llevadas por un núcleo aromático expresado en miliequivalentes por gramo de composición líquida.

20

9. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la resina epoxídica (B1) se deriva de éter diglicidílico éter, preferiblemente un derivado del éter diglicidílico de bisfenol A.

10. Composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 9, en la que el agente de acoplamiento (A3) es un compuesto bifuncional que comprende al menos una primera función capaz de reaccionar con el polímero sililado (A1) y una segunda función capaz de reaccionar con la resina epoxídica (B1).

25

11. Kit listo para usar que comprende la composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 10, estando acondicionadas las composiciones A y B en dos compartimentos distintos.

12. Uso de la composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 10 o del kit según la reivindicación 11 para la formación de una membrana de estanqueidad.

30

13. Membrana de estanqueidad obtenida por reticulación de la composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 10.

14. Procedimiento para hacer estanca una superficie, comprendiendo dicho procedimiento la aplicación y luego la reticulación de la composición líquida según una de las reivindicaciones 1 a 10 sobre dicha superficie.

15. Superficie revestida de una membrana según la reivindicación 13.