



(11) Número de Publicação: **PT 1355993 E**

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(51) Classificação Internacional:

**C09D 4/00** (2006.01) **C03C 1/00** (2006.01)  
**C08G 77/00** (2006.01) **C08G 77/02** (2006.01)  
**C08G 77/06** (2006.01) **C08G 79/00** (2006.01)  
**C09D 179/00** (2006.01) **C09D 183/04** (2006.01)  
**C09D 185/00** (2006.01)

(22) Data de pedido: **2001.12.20**

(30) Prioridade(s): **2000.12.20 DE 10063519**

(43) Data de publicação do pedido: **2003.10.29**

(45) Data e BPI da concessão: **2008.11.12**  
**036/2009**

(73) Titular(es):

**NANO-X GMBH**  
**THEODOR-HEUSS-STRASSE 11A 66130**  
**SAARBRÜCKEN** **DE**

(72) Inventor(es):

**STEFAN SEPEUR** **DE**  
**NORA KUNZE** **DE**  
**MICHAEL KIHM** **DE**

(74) Mandatário:

**JOSÉ RAUL DE MAGALHÃES SIMÕES**  
**AV. ESTADOS UNIDOS DA AMÉRICA, 131, 7º - C 1700-173**  
**LISBOA** **PT**

(54) Epígrafe: **PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE SISTEMAS SOL-GEL POBRES EM SOLVENTE**

(57) Resumo:

**RESUMO****PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE SISTEMAS SOL-GEL POBRES EM SOLVENTE**

A invenção refere-se a um método para a produção de sistemas sol-gel pobres em solvente, que compreende as seguintes etapas: (a) hidrolisar ou condensar um silano e/ou um alcóxido e/ou vários alcóxidos de entre Al, Ce, Ga, Ge, Sn, Ti, Zr, Hf, V, Nb e Ta, (b) adicionar água à mistura de reacção até que a separação de fases comece e (c) separar a fase de condensado. A invenção também se refere ao sistema sol-gel obtido deste modo e ao uso do mesmo.

## DESCRIÇÃO

### PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE SISTEMAS SOL-GEL POBRES EM SOLVENTE

O objecto desta invenção é um processo para a produção de sistemas sol-gel pobres em solvente.

O processo sol-gel foi usado originalmente para, em última instância, obter massas cerâmicas ou vidros a partir de compostos inicialmente solúveis via a fase intermediária de um gel. Uma vantagem particular deste processo é que são obtidos produtos muito mais homogêneos do que os processos cerâmicos tradicionais. Também é possível produzir excelentes revestimentos pela aplicação de uma solução alcoólica de alcoolatos hidrolisáveis com iões metálicos polivalentes a uma superfície; a medida que o solvente alcoólico evapora, uma rede de hidróxido metálico é formada. Este revestimento, que contém numerosos grupos MOH, é hidrófilo e antiestático. Com uma temperatura crescente, os grupos MOH reagem para formar grupos de óxidos metálicos, eliminando água e fazendo com que as superfícies se tornem duras e resistentes a arranhões. Os materiais deste tipo são frequentemente usados como aglutinantes. Produção de fases estáveis (sóis) tipicamente envolve a hidrólise catalítica parcial de alcoxilanos com uma solução aquosa de ácidos ou bases, recheio com sóis de sílica ou outras partículas, e ajuste do conteúdo de sólidos a um dado nível baseado no processo usando álcoois como solvente. Aplicações típicas para tais sistemas incluem revestimentos resistentes à

abrasão, protecção contra corrosão e revestimentos adequados para dados índices de refração, por exemplo, para lentes de óculos e similares.

A base para melhorias consideráveis nos revestimentos obtidos com fases estáveis foi proporcionada algum tempo atrás através do uso de nanopartículas na preparação descrita acima destas fases estáveis. Tornou-se possível incorporar funções adicionais nos sistemas obtidos como produto, por exemplo, ajuste do índice de refração ou absorção de IR melhorados e resistência à abrasão e retenção de sujidade ainda melhores.

O documento DE 198 16 136 A1 revela um processo para a produção de sistemas sol-gel, em que o solvente, tipicamente um álcool, é removido do sistema de reacção, preferivelmente sob pressão reduzida. Desta maneira, sistemas sol-gel aquosos ou alcoólicos foram obtidos em forma de sistemas monofásicos diluíveis em água.

O ensinamento do documento DE 198 16 136 A1 é baseado no reconhecimento da necessidade de extracção do álcool a fim de fazer com que a reacção, em particular o revestimento de nanopartículas com alcoxisilanos modificados organicamente, avance até que um sistema seja estabelecido que seja estável à hidrólise e estável à condensação, em que estes sistemas são adequados para os fins de revestimento mencionados acima. O documento DE 198 16 136 A1 revela a remoção de álcool exclusivamente a vácuo e a temperaturas de até 40°C num evaporador

rotatório. O documento EP-A-0 927 733 refere-se a um método de produção de poliorganosiloxanos pela hidrólise e condensação de uma mistura de silicatos de alquilo, alquilsilanos e compostos com grupos SiCl, a água sendo removida por meio de destilação azeotrópica.

Portanto, um objecto desta invenção é proporcionar um método de preparação de sistemas sol-gel com baixo teor em solvente, que permite a produção de sol-géis pobres em solvente de uma maneira que seja tecnicamente tão simples quanto possível, a fim de melhorar a técnica anterior em pelo menos um método adicional.

Outro objecto desta invenção é revelar um uso para estes sistemas sol-gel.

Este objecto é estabelecido por um método de preparação de sistemas sol-gel pobres em solvente, que compreende as etapas reveladas na reivindicação 1.

Formas de realização úteis desta invenção constituem o objecto das reivindicações 2 a 13.

Surpreendentemente, verificou-se que o processo de precipitação/emulsão de acordo com a invenção produz uma fase sol estável se for adicionada água à mistura de reacção numa quantidade que seja mais que suficiente para causar uma separação de fases numa fase de condensado insolúvel em água e numa fase aquosa, a primeira que contém o produto desejado e a última o álcool e produtos de esterificação indesejados bem como condensados de

baixo peso molecular solúveis em água. O conteúdo de solvente da fase aquosa depende da natureza dos compostos de partida, a solubilidade na fase aquosa do álcool formado, e a eficiência da separação (“quantidade de água do agente de extracção e das etapas de extracção usadas”). Com o método descrito acima, quase todo o solvente é extraído da fase insolúvel em água que contém o produto desejado. O solvente alcoólico residual ou o conteúdo de álcool na fase de condensado é geralmente inferior a 5% em peso, preferivelmente inferior a 1% em peso e mais preferivelmente inferior a 0,5% em peso, o conteúdo de solvente sendo dependente da natureza dos compostos de partida e particularmente do grau de solubilidade em água do condensado. A fase pobre em solvente insolúvel em água, então pode ser absorvida ou dispersada de novo em água mediante métodos do estado da técnica apropriados.

Ao contrário do processo revelado no documento DE 198 16 136 A1, no presente documento não há risco que a fase de condensado ou a fase sol sub-resfrie, por exemplo, e que partículas de silano condensadas cristalizem. Por outras palavras, o método da invenção facilita consideravelmente a supervisão do processo para produzir sistemas sol-gel pobres em solvente porque não envolve separar um álcool ou um solvente a vácuo e, portanto, não há necessidade de verificar que parâmetros de processo sensíveis, tais como pressão e temperatura, são mantidos dentro de tais limites estreitos.

Basicamente, silanos de qualquer tipo e/ou um ou mais alcóxidos, geralmente de metais, podem ser usados para o processo de acordo com a invenção, isto é, para hidrólise ou condensação.

De acordo com a invenção, os alcóxidos de metal usados são preferivelmente alcóxidos dos elementos Al, Ga, Ge, Sn, Ti, Zr, Hf, V, Nb e Ta.

Os silanos usados são preferivelmente do tipo que têm originalmente substituintes reticuláveis e/ou substituintes parcialmente ou completamente fluorados. Tais grupos reticuláveis, isto é, grupos que são tipicamente capazes de serem submetidos a reacções de adição ou condensação, são conhecidos geralmente pelos especialistas neste campo, e são referidos no documento DE 198 16 136 A1, por exemplo.

Outros silanos usados com preferência nesta invenção incluem glicidiloxipropiltriétoxisilano (GPTES), 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPTS), metiltriétoxisilano (MTEOS), tetraétoxisilano (TEOS), viniltriétoxisilano (VTES), viniltrimetoxisilano (VTMS) e, naturalmente, silanos tais como tetrametoxisilano, tetra-n-propoxisilano, tetra-n-butoxisilano, ciclohexiltrimetoxisilano, ciclopentiltrimetoxisilano, etiltrimetoxisilano, feniletaltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, ciclohexilmetildimetoxisilano, dimetildimetoxisilano, diisopropildimetoxisilano, fenilmetildimetoxisilano, feniletaltriétoxisilano, feniltriétoxisilano,

fenilmetildietoxisilano e fenildimetiletotoxisilano. Os últimos alcoxisilanos mencionados são usados preferivelmente no presente documento em combinação com silanos ou compostos capazes de adição ou condensação.

Embora se tenha descoberto que a fase de condensado de acordo com a reivindicação 1, a etapa c) já mostra suficiente estabilidade de armazenamento e, naturalmente, é adequada para a produção de revestimentos, por exemplo, é preferível de acordo com um desenvolvimento adicional do método da invenção reabsorver a fase de condensado da etapa c) em água. Isto torna possível adaptar o sistema sol-gel aos requerimentos do uso pretendido e o tipo de processo de aplicação empregado. É de adicional benefício neste contexto se em primeiro lugar um emulsionante seja adicionado e misturado com a fase de condensado, e esta fase mista seja subsequentemente absorvida em água, porque pode ser vantajosamente aumentada ainda mais deste modo a estabilidade de armazenamento da fase de condensado e do sistema obtido.

Os dispositivos de dispersão ou homogeneização que são usados rotineiramente no campo de mistura de substâncias líquidas podem ser usados tanto para absorver a fase de condensado (não importa se um emulsionante foi adicionado ou não) em água como para adicionar o emulsionante à fase de condensado.

Emulsionantes adequados incluem, como forma de exemplo, os tensoactivos Disponil<sup>®</sup> comercialmente disponíveis de Cognis.

De acordo com um desenvolvimento especial do método da invenção, aqueles compostos usados na etapa a) do método da invenção que são solúveis em água são convertidos, ou antes ou após a hidrólise ou a condensação, numa forma insolúvel em água através da reacção com compostos insolúveis em água, preferivelmente orgânicos porque isto é benéfico na obtenção da fase de condensado. A introdução do composto insolúvel em água facilita a separação de fases em adição de água e, surpreendentemente, também reduz a tendência a cristalização.

De acordo com outra forma de realização especial do método da invenção, são adicionadas nanopartículas à fase de condensado. Estas nanopartículas são revestidas desta maneira com condensado, e por conseguinte, as propriedades das nanopartículas são influenciadas. É preferível adicionar de 0,5 a 100% em peso, com relação a fase de condensado, de nanopartículas a dita fase de condensado, sendo preferível para as nanopartículas ter um tamanho de 2 a 300 nm.

Uma forma de realização adicional do método de acordo com a invenção proporciona para adição ao sistema sol-gel, isto é, a fase de condensado, de agentes deslustradores e/ou um composto mais do grupo que compreende colorantes, agentes antivegetativos, agentes antiestática, agentes antiembaciamento, inibidores de corrosão, aditivos de deslizamento e agentes para ajuste da viscosidade. Estes aditivos, que podem ser adicionados

individualmente ou como uma combinação de vários deles, permanecem na capa a ser produzida a partir do sistema sol-gel, isto é, a partir da fase de condensado, ou no corpo com forma fabricado da mesma, e conferir as propriedades vantajosas relacionadas a estes produtos, deste modo suplementando as propriedades de resistência à abrasão e arranhões melhoradas e pelo menos transparência parcial, que são propriedades benéficas de qualquer modo.

O sistema sol-gel é geralmente aplicado a um substrato por meio de um processo químico por via húmida, em particular por pulverização, vazamento por centrifugação, inundação, imersão, revestimento por centrifugação, laminagem ou impressão. Todos estes processos já foram aperfeiçoados tecnicamente, são eficientes e fáceis de controlar.

Os sistemas sol-gel preparados de acordo com a invenção são geralmente secos, isto é, curados, a uma temperatura no intervalo desde aproximadamente 20 até 500°C e durante um período que pode ser de tão-somente um segundo, mas também pode durar várias horas.

É preferível realizar a etapa de secagem num forno de ar forçado ou por meio de radiação electromagnética adequada, tais como radiação UV, IR, de electrões ou microondas. O substrato a ser revestido com o sistema sol-gel desta invenção não está sujeito a nenhuma restrição particular. Entretanto, é geralmente preferível para o substrato estar composto de cerâmica, madeira, metal, pedra, plástico (superfícies envernizadas), vidro

e/ou betão. É particularmente vantajoso repetir pelo menos uma vez as etapas pelas quais o sistema sol-gel é aplicado a um substrato e subseqüentemente seco. Isto tem a vantagem de produzir um revestimento superficial mais denso. É particularmente vantajoso que sistemas sol-gel de diferentes composições possam ser usados para as aplicações repetidas, permitindo a um especialista na técnica adaptar as propriedades superficiais resultantes muito precisamente aos requerimentos.

O sistema sol-gel preparado de acordo com a invenção encontra aplicação particularmente em película para móveis e cartões de PC, onde a resistência a arranhões dos revestimentos é especialmente importante, como aglutinantes para lã de vidro ou lã de rocha, onde os efeitos como aglutinante e como retardador de fogo são fundamentais, em aplicações de protecção contra corrosão, na produção de superfícies fáceis de limpar e autolimpantes, incluindo, em particular, superfícies estruturadas, em sistemas de revestimento comerciais como um aditivo para aumentar resistência a abrasão e repelência à sujidade através do ajuste da energia superficial, sobre pedras para reduzir a efervescência e proteger contra manchas de café e vinho tinto, grafite e similares, e como aglutinantes para papel, pedra granular e substâncias naturais tais como palha, materiais têxteis, etc.

A invenção é descrita abaixo com mais detalhes em referência a formas de realização cujo fim único é elucidar, e não limitar, a invenção.

## Exemplo 1

a) Preparação de uma fase de condensado com baixo teor de solvente

0,02 g de 1-metilimidazol (M1) são adicionados a e agitados com 139,0 g de glicidoxipropiltriétoxisilano (GP-TES) de Degussa-Hüls. Subsequentemente, 45,6 g de bisfenol A (BPA) são adicionados e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Durante a reacção de adição que toma lugar, a mistura de reacção muda de cor, passando de amarelo transparente a castanho-escuro. Após a reacção, 28,4 g de ácido acético a 5% são adicionados como agente hidrolisante, e deixa-se que a hidrólise ocorra a temperatura ambiente durante 16 horas. Então 200 g de água desionizada são adicionados e a mistura agitada durante 10 minutos. Formam-se duas fases. A fase superior, aquosa, que contém solvente é separada numa ampola de decantação.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

25,0 g de tensoactivo Disponil<sup>®</sup> FES 993 IS (Cognis) são adicionados a 100 g da fase castanho-escuro, ligeiramente viscosa (resíduo de condensação), e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Após 20 minutos, 375 g de água aquecida até 80°C são adicionados, e a mistura é homogeneizada

durante de 3 a 5 minutos com um aparelho Ultraturax<sup>®</sup> (IKA).

A dispersão obtida pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida conhecidos, e é particularmente adequada para proteger metais leves e aço contra corrosão, como revestimento resistente a abrasão para polímeros ou, no estado não disperso, como aditivo para verniz ou tinta de impressão.

#### Exemplo 2

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

Inicialmente, o processo é análogo ao do exemplo 1. Após a reacção de adição, indicada pela mudança de cor da mistura de reacção de amarelo transparente a castanho-escuro, 5 g de Dynasilan<sup>®</sup> F 8261 (Degussa-Hüls) são adicionados. Após a reacção, 28,4 g de ácido acético a 5% são adicionados como agente hidrolisante, e deixa-se que a hidrólise ocorra a temperatura ambiente durante 16 horas. Então 200 g de água desionizada são adicionados e a mistura agitada durante 10 minutos. Formam-se duas fases. A fase superior, aquosa, que contém solvente é separada numa ampola de decantação.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

A emulsão é obtida exactamente do mesmo modo que no exemplo 1.

Esta dispersão pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida conhecidos, e é particularmente adequada para proteger metais leves e aço contra corrosão, como revestimento resistente a abrasão para polímeros ou, no estado não disperso, como aditivo para verniz ou tinta de impressão com baixa energia superficial.

### Exemplo 3

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

1,35 g de ácido fórmico a 10% são adicionados a e agitados com 24,8 g de MEMO<sup>®</sup> (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Subsequentemente, 0,32 g de sec-butóxido de alumínio (Fluka) são adicionados e a mistura é agitada a temperatura ambiente durante 2 horas.

Então 25 g de água são adicionados à mistura de reacção numa ampola de decantação e a mistura é bem agitada. Formam-se duas fases. Uma vez que as fases foram separadas, a fase orgânica é separada directamente. A adição de 0,8 g de fotoiniciador Irgacure 5000 (Ciba) faz com que a mistura seja curada fotoquimicamente. A mistura é subsequentemente aplicada por meio de uma lâmina raspadora ao substrato, por exemplo painéis de policarbonato ou placas de pedra, e é seca por meio de um radiador de mercúrio de alta pressão com uma potência de

radiação de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que o substrato revestido passa através de um secador UV. São obtidas superfícies resistentes a arranhões, que mostram boa resistência a lâ de aço.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

20,0 g de tensioactivo Disponil<sup>®</sup> 286 (Cognis) são adicionados a 100 g da fase ligeiramente viscosa (resíduo de condensação), e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Após 20 minutos, 400 g de água aquecida até 80°C são adicionados, e a mistura é homogeneizada durante de 3 a 5 minutos com um aparelho Ultraturax<sup>®</sup> (IKA).

Esta dispersão pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida conhecidos tais como pulverização, imersão, laminagem e similares, e é particularmente adequada como revestimento resistente a abrasão para polímeros ou, no estado não disperso, como aditivo para verniz ou tinta de impressão.

#### Exemplo 4

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

1,35 g de ácido fórmico a 10% são adicionados a e agitados com 24,8 g de MEMO<sup>®</sup> (Degussa-Hüls) durante 4 horas a temperatura ambiente. Então 25 g de água são

adicionados à mistura de reacção numa ampola de decantação e a mistura é bem agitada. Formam-se duas fases. Uma vez que as fases foram separadas, a fase orgânica é separada directamente. A cura fotoquímica é realizada como descrito no exemplo 3 em a.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

20,0 g de tensioactivo Disponil<sup>®</sup> 286 (Cognis) são adicionados a 100 g da fase ligeiramente viscosa (resíduo de condensação), e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Após 20 minutos, 400 g de água aquecida até 80°C são adicionados, e a mistura é homogeneizada durante de 3 a 5 minutos com um aparelho Ultraturax<sup>®</sup> (IKA).

Esta dispersão pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida conhecidos tais como pulverização, imersão, laminagem e similares, e é particularmente adequada como revestimento resistente a abrasão para polímeros ou, no estado não disperso, como aditivo para verniz ou tinta de impressão.

#### Exemplo 5

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

1,35 g de ácido fórmico a 10% são adicionados a e agitados com 24,8 g de MEMO<sup>®</sup> (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Subsequentemente, 0,32 g de sec-butóxido de alumínio (Fluka) e 0,73 g de Dynasilan<sup>®</sup> F 8261 são adicionados e a mistura é agitada durante 2 horas a temperatura ambiente. Então 25 g de água são adicionados à mistura de reacção numa ampola de decantação e a mistura é bem agitada. Formam-se duas fases. Uma vez que as fases foram separadas, a fase orgânica é separada directamente. A cura fotoquímica da mistura é realizada adicionando 0,8 g de fotoiniciador Irgacure<sup>®</sup> 500 (Ciba). A mistura é subsequentemente aplicada por meio de uma lâmina raspadora a substratos tais como policarbonatos, mas também a placas de pedra, e é seca por meio de um radiador de mercúrio de alta pressão com uma potência de radiação de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que o substrato revestido passa através de um secador UV. Uma superfície resistente a arranhões de baixa energia superficial (aproximadamente 20 mJ/m<sup>2</sup>) é obtida, que mostra boa resistência a lâ de aço.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

20,0 g de tensioactivo Disponil<sup>®</sup> 286 (Cognis) são adicionados a 100 g da fase ligeiramente viscosa (resíduo de condensação), e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Após 320 minutos, 400 g de água aquecida até 80°C são adicionados, e a mistura é homogeneizada durante de 3 a 5 minutos com um aparelho Ultraturax<sup>®</sup> (IKA).

A dispersão pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida padrões tais como pulverização, imersão, laminagem e similares, e é particularmente adequada como revestimento resistente a abrasão para polímeros ou, no estado não disperso, como aditivo para verniz ou tinta de impressão.

#### Exemplo 6

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

1,35 g de ácido fórmico a 10% são adicionados a e agitados com 24,8 g de MEMO<sup>®</sup> (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Subsequentemente, 0,32 g de sec-butóxido de alumínio (Fluka) e 0,73 g de Dynasilan<sup>®</sup> F 8861 são adicionados e a mistura é agitada a temperatura ambiente durante 2 horas. Então 25 g de água são adicionados à mistura de reacção numa ampola de decantação e a mistura é bem agitada. Formam-se duas fases. Uma vez que as fases foram separadas, a fase orgânica é separada directamente. A cura fotoquímica da mistura é realizada adicionando 0,8 g de fotoiniciador Irgacure<sup>®</sup> 500 (Ciba). A mistura é subsequentemente aplicada por meio de uma lâmina raspadora a substratos tais como painéis de policarbonato, mas também a placas de pedra, e é seca por meio de um radiador de mercúrio de alta pressão com uma potência de radiação de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que as partes revestidas passam através de um secador UV. Uma superfície resistente a arranhões de baixa energia

superficial (aproximadamente 20 mJ/m<sup>2</sup>) é obtida, que mostra boa resistência a lâ de aço.

b) Preparação de uma solução de revestimento (revestimento mate, resistente a abrasão)

11 g de carbonato de cálcio em pó (Calzimatt<sup>®</sup> 20 µm de Solvay) são adicionados a e misturados meticulosamente com 11 g de fase de condensado de baixa viscosidade. Seguindo a adição de 0,37 g de Darocur<sup>®</sup> 1173, este material pode ser aplicado sem diluição adicional, por exemplo, a mármore. Seguindo a cura UV por meio de um radiador de mercúrio de alta pressão com uma potência de radiação de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que o substrato revestido passa através de um secador UV, uma superfície mate com acabamento acetinado é obtida a qual mostra alta resistência a abrasão, alta resistência a café, vinho tinto e outros tipos de sujidade, e boas propriedades antideslizantes.

#### Exemplo 7

a) Preparação da fase de condensado com baixo teor de solvente

1,35 g de butilato de zircônio são adicionados a e agitados com 17,3 g de metiltrietoxisilano (MTEOS) (Degussa-Hüls). 10 g de ácido fórmico a 10% então são adicionados, e a mistura é agitada a temperatura ambiente durante 48 horas. Subsequentemente, 25 g de água são adicionados à mistura de reacção numa ampola de

decantação e a mistura é bem agitada. Formam-se duas fases. A fase de condensado (fase inferior) é então separada.

b) Preparação de uma emulsão (conteúdo de sólidos de aproximadamente 15%)

20,0 g de tensioactivo Disponil® 1080 (Cognis) são adicionados a 100 g da fase ligeiramente viscosa (resíduo de condensação), e a mistura é aquecida até 80°C num banho de água enquanto se está a agitar. Após 20 minutos, 400 g de água aquecida até 80°C são adicionados, e a mistura é homogeneizada durante de 3 a 5 minutos com um aparelho Ultraturax® (IKA).

Esta dispersão pode ser aplicada a qualquer substrato por meio de métodos de aplicação química por via húmida padrões tais como pulverização, imersão, laminagem e similares, e é particularmente adequada como aglutinante para lã de vidro, lã de rocha, papel, pedra granular, madeira, substâncias naturais (por exemplo, palha), materiais têxteis, etc.

Lisboa, 11 de Fevereiro de 2009

## REIVINDICAÇÕES

1. Método de preparação de sistemas sol-gel com baixo teor de solvente que compreende as etapas de:

- a) hidrolisar e condensar um silano e/ou um alcóxido e/ou vários alcóxidos de entre Al, Ce, Ga, Ge, Sn, Ti, Zr, Hf, V, Nb e Ta,
- b) adicionar à mistura de reacção água mais que suficiente para causar uma separação de fases numa fase de condensado e numa fase aquosa,
- c) separar a fase de condensado que contém o sistema sol-gel com baixo teor de solvente, e
- d) revestir um substrato com o sistema sol-gel com baixo teor de solvente.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o silano usado na etapa a) ser glicidiloxipropiltriétoxisilano (GPTES), 3-metacriloxipropiltrimetóxisilano (MPTS), metiltriétoxisilano (MTEOS) ou tetraétoxisilano (TEOS), viniltriétoxisilano (VTES) ou viniltrimetóxisilano (VTMS).

3. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por a fase de condensado da etapa c) ser reabsorvida em água.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por um agente emulsionante ser adicionado a e misturado com a fase de condensado da etapa c) para

produzir uma fase mista, que é subsequentemente absorvida em água.

5. Método, de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado por, após a hidrólise ou a condensação, os compostos solúveis em água entre os compostos usados na etapa a) serem convertidos numa forma insolúvel em água através de reacção com compostos insolúveis em água.

6. Método, de acordo com uma das reivindicações anteriores, caracterizado por a fase de condensado ser misturada com de 0,5 a 100% em peso de nanopartículas, com relação a fase de condensado.

7. Método, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por as nanopartículas serem de 2 a 300 nm em tamanho.

8. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado o sistema sol-gel ser aplicado a um substrato por meio de um processo químico por via húmida, em particular por meio de pulverização, vazamento, inundação, imersão, revestimento por centrifugação, laminagem ou impressão.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por uma etapa de secagem que dura de 1 segundo a várias horas a uma temperatura no intervalo desde aproximadamente 20 até 500°C.

10. Método, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado por a etapa de secagem ser levada a cabo num forno de ar forçado ou por meio de radiação electromagnética adequada, tais como radiação UV, IR, de electrões ou microondas.

11. Método, de acordo com uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado por o substrato ser composto de vidro, cerâmica, madeira, metal, pedra, plástico e/ou betão.

12. Método, de acordo com uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado por as etapas de aplicação de sol-gel e de secagem serem repetidas pelo menos uma vez.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado por serem usados sistemas sol-gel de diferentes composições para as aplicações repetidas.

Lisboa, 11 de Fevereiro de 2009