



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 317 950**

51 Int. Cl.:

**C09D 4/00** (2006.01)

**C09D 183/04** (2006.01)

**C09D 179/00** (2006.01)

**C03C 1/00** (2006.01)

**C09D 185/00** (2006.01)

**C08G 77/02** (2006.01)

**C08G 79/00** (2006.01)

**C08G 77/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01991651 .9**

96 Fecha de presentación : **20.12.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1355993**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.10.2003**

54

Título: **Procedimiento para la producción de sistemas sol-gel pobres en disolvente.**

30

Prioridad: **20.12.2000 DE 100 63 519**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.05.2009**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.05.2009**

73

Titular/es: **Nano-X GmbH**  
**Theodor-Heuss-Strasse 11a**  
**66130 Saarbrücken, DE**

72

Inventor/es: **Sepeur, Stefan;**  
**Kunze, Nora y**  
**Kihm, Michael**

74

Agente: **Lazcano Gainza, Jesús**

ES 2 317 950 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción de sistemas sol-gel pobres en disolvente.

5 El objeto de esta invención es un procedimiento para la producción de sistemas sol-gel pobres en disolvente.

El procedimiento sol-gel se usó originariamente para obtener en última instancia masas cerámicas o vidrios a partir de compuestos inicialmente solubles a través de un estadio intermedio de un gel. Una ventaja particular de este procedimiento es que se obtienen productos bastante más homogéneos que con los procedimientos cerámicos tradicionales. También es posible producir excelentes recubrimientos mediante la aplicación de una disolución alcohólica de alcoholatos hidrolizables con iones metálicos polivalentes a una superficie; a medida que se evapora el disolvente alcohólico, se forma una red de hidróxido metálico. Este recubrimiento, que contiene numerosos grupos MOH, es hidrófilo y antiestático. Con una temperatura creciente, los grupos MOH reaccionan para formar grupos de óxido metálico, eliminando agua y haciendo que las superficies se vuelvan duras y resistentes al rayado. Frecuentemente se usan materiales de esta clase como aglutinantes. La producción de fases estables (soles) normalmente supone la hidrólisis catalítica parcial de alcoxisilanos con una disolución acuosa de ácidos o bases, relleno con soles de sílice u otras partículas y ajuste del contenido en sólidos hasta un nivel dado basado en el procedimiento usando alcoholes como disolvente. Las aplicaciones típicas para tales sistemas incluyen recubrimientos resistentes a la abrasión, protección frente a la corrosión y recubrimientos adecuados para índices de refracción dados, por ejemplo para lentes para gafas y similares.

Hace algún tiempo, se proporcionó la base para mejoras considerables en los recubrimientos obtenidos con fases estables a través del uso de nanopartículas en la preparación descrita anteriormente de estas fases estables. Fue posible incorporar funciones adicionales en los sistemas obtenidos como producto, por ejemplo una mejora del ajuste del índice de refracción o la absorción IR e incluso una mejor resistencia a la abrasión y retención de suciedad.

El documento DE 198 16 136 A1 da a conocer un procedimiento para la producción de sistemas sol-gel, en el que el disolvente, normalmente un alcohol, se elimina del sistema de reacción, preferiblemente a presión reducida. De esta manera, se obtuvieron sistemas sol-gel acuosos o alcohólicos en forma de sistemas monofásicos, que pueden diluirse con agua.

La enseñanza del documento DE 198 16 136 A1 se basa en el reconocimiento de la necesidad de extraer el alcohol con el fin de producir la reacción, en particular el recubrimiento de nanopartículas con alcoxisilanos modificados orgánicamente, para que avance hasta que se establece un sistema que es estable frente a la hidrólisis y estable frente a la condensación, siendo adecuados estos sistemas para los fines de recubrimiento mencionados anteriormente. El documento DE 198 16 136 A1 da a conocer la eliminación del alcohol exclusivamente a vacío y a temperaturas de hasta 40°C en un evaporador rotatorio. El documento EP-A-0 927 733 se refiere a un método de producción de poliorganosiloxanos mediante hidrólisis y condensación de una mezcla de silicatos de alquilo, alquilsilanos y compuestos con grupos SiCl, eliminándose el agua por medio de destilación azeotrópica.

Por tanto, un objeto de esta invención es proporcionar un método de preparación de sistemas sol-gel con bajo contenido en disolvente, que permite la producción de sol-geles pobres en disolvente de una manera que es técnicamente tan sencilla como sea posible, con el fin de mejorar la técnica anterior mediante al menos un método adicional.

45 Otro objeto de esta invención es dar a conocer un uso para estos sistemas sol-gel.

Este objeto se establece mediante un método de preparación de sistemas sol-gel pobres en disolvente, que comprende las etapas dadas a conocer en la reivindicación 1.

50 Las realizaciones útiles de esta invención componen el objeto de las reivindicaciones 2 a 13.

Sorprendentemente, se ha descubierto que el procedimiento de precipitación/emulsión según la invención produce una fase de sol estable si se añade agua a la mezcla de reacción en una cantidad que es más que suficiente para producir una separación de fases en una fase de condensado insoluble en agua y una fase acuosa, conteniendo la primera el producto deseado y esta última el alcohol y los productos de esterificación no deseados así como condensados de bajo peso molecular, solubles en agua. El contenido en disolvente de la fase acuosa depende de la naturaleza de los compuestos de partida, la solubilidad en la fase acuosa del alcohol formado y la eficacia de separación ("cantidad de agua del agente de extracción y de las etapas de extracción usadas"). Con el método descrito anteriormente, casi todo el disolvente se extrae de la fase insoluble en agua que contiene el producto deseado. El contenido en alcohol o disolvente alcohólico residual en la fase de condensado es generalmente inferior al 5% en peso, preferiblemente inferior al 1% en peso y más preferiblemente inferior al 0,5% en peso, dependiendo el contenido en disolvente de la naturaleza de los compuestos de partida y particularmente del grado de solubilidad en agua del condensado. Entonces, la fase pobre en disolvente, insoluble en agua puede absorberse o dispersarse de nuevo en agua mediante métodos apropiados del estado de la técnica.

65 A diferencia del procedimiento dado a conocer en el documento DE 198 16 136 A1, aquí no hay riesgo de que la fase de condensado o la fase de sol se subenfrie, por ejemplo, y que cristalicen partículas de silano condensadas. En otras palabras, el método de la invención facilita considerablemente la supervisión del procedimiento para producir

## ES 2 317 950 T3

sistemas sol-gel pobres en disolvente porque no implica separar un alcohol o disolvente a vacío y por tanto, no hay necesidad de comprobar que parámetros sensibles del procedimiento tales como la presión y la temperatura se mantienen dentro de tales límites estrechos.

5 Básicamente, pueden usarse silanos de cualquier clase y/o uno o más alcóxidos, generalmente de metales, para el procedimiento según la invención, es decir, para hidrólisis o condensación.

Según la invención, los alcóxidos metálicos usados son preferiblemente alcóxidos de los elementos Al, Ga, Ge, Sn, Ti, Zr, Hf, V, Nb y Ta.

10

Los silanos usados son preferiblemente de la clase que tienen sustituyentes reticulables orgánicamente y/o sustituyentes parcial o completamente fluorados. Tales grupos reticulables, es decir grupos que normalmente pueden experimentar reacciones de adición o condensación, los conocen generalmente los especialistas en este campo, y se hace referencia a ellos en el documento DE 198 16 136 A1, por ejemplo.

15

Otros silanos usados con preferencia en esta invención incluyen glicidiloxipropiltrióxidosilano (GPTES), 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPTS), metiltrióxidosilano (MTEOS), tetraetoxisilano (TEOS), viniltrióxidosilano (VTES), viniltrimetoxisilano (VTMS) y, naturalmente, silanos tales como tetrametoxisilano, tetra-n-propoxisilano, tetra-n-butoxisilano, ciclohexiltrimetoxisilano, ciclopentiltrimetoxisilano, etiltrimetoxisilano, feniletiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, ciclohexilmetildimetoxisilano, dimetildimetoxisilano, diisopropildimetoxisilano, fenilmetildimetoxisilano, feniletiltrióxidosilano, feniltrióxidosilano, fenilmetildióxidosilano y fenildimetiletoxosilano. Los alcóxidos mencionados en último lugar se usan preferiblemente en el presente documento en combinación con silanos o compuestos que pueden experimentar adición o condensación.

20

25

Aunque se ha descubierto que la fase de condensado de la reivindicación 1, etapa c) ya muestra suficiente estabilidad en almacenamiento y, por supuesto, es adecuada para la producción de recubrimientos, por ejemplo, es preferible según un desarrollo adicional del método de la invención reabsorber la fase de condensado de la etapa c) en agua. Esto hace posible adaptar el sistema sol-gel a los requisitos del uso pretendido y el tipo de procedimiento de aplicación empleado. Tiene un beneficio adicional en este contexto si se añade en primer lugar un emulsionante a y se mezcla con la fase de condensado, y esta fase mixta posteriormente se absorbe en agua, porque de esta manera puede aumentarse ventajosamente incluso más la estabilidad en almacenamiento de la fase de condensado y del sistema obtenido.

30

Pueden usarse los dispositivos de dispersión u homogeneización que se usan de manera rutinaria en el campo del mezclado de sustancias líquidas tanto para absorber la fase de condensado (sin importar si se ha añadido o no un emulsionante) en agua como para añadir el emulsionante a la fase de condensado.

35

Los emulsionantes adecuados incluyen, a modo de ejemplo, los tensioactivos Disponil® disponibles comercialmente de Cognis.

40

Según un desarrollo especial del método de la invención, los compuestos usados en la etapa a) del método de la invención que son solubles en agua se convierten, o bien antes o bien tras hidrólisis o condensación, en una forma insoluble en agua a través de la reacción con compuestos preferiblemente orgánicos, insolubles en agua, porque esto es beneficioso para obtener la fase de condensado. La introducción del compuesto insoluble en agua facilita la separación de fases con la adición de agua y, sorprendentemente, también reduce la tendencia a la cristalización.

45

Según otra realización especial del método de la invención, se añaden nanopartículas a la fase de condensado. Estas nanopartículas se recubren con condensado de esta manera, y las propiedades de las nanopartículas se ven influidas en consecuencia. Es preferible añadir del 0,5 al 100% en peso, con respecto a la fase de condensado, de nanopartículas a dicha fase de condensado, siendo preferible que las nanopartículas tengan un tamaño de 2 a 300 nm.

50

Una realización adicional del método según la invención prevé la adición al sistema sol-gel, es decir la fase de condensado, de agentes deslustrantes y/o un compuesto más del grupo que comprende colorantes, agentes antiincrustantes, agentes antiestáticos, agentes antiempañamiento, inhibidores de la corrosión, aditivos de deslizamiento y agentes para ajustar la viscosidad. Estos aditivos, que pueden añadirse individualmente o como una combinación de varios de los mismos, permanecen en la capa que va a producirse a partir del sistema sol-gel, es decir, a partir de la fase de condensado, o en el cuerpo conformado fabricado a partir de la misma y confieren las propiedades ventajosas relacionadas a estos productos, complementando así las propiedades de resistencia al rayado y a la abrasión mejoradas y al menos transparencia parcial, que son propiedades beneficiosas en cualquier caso.

55

60

El sistema sol-gel se aplica generalmente a un sustrato por medio de un procedimiento químico por vía húmeda, en particular mediante pulverización, colada por centrifugación, inundación, inmersión, recubrimiento por centrifugación, laminación o impresión. Todos estos procedimientos ya se han perfeccionado técnicamente, son eficaces y fáciles de controlar.

65

Los sistemas sol-gel preparados según la invención generalmente se secan, es decir se curan, a una temperatura en el intervalo de desde aproximadamente 20 hasta 500°C y durante un periodo que puede ser de tan sólo un segundo pero que también puede durar varias horas.

## ES 2 317 950 T3

Es preferible realizar la etapa de secado en un horno de aire forzado o por medio de radiación electromagnética adecuada, tal como radiación UV, IR, de electrones o de microondas. El sustrato que va a recubrirse con el sistema sol-gel de esta invención no está sujeto a ninguna restricción particular. Sin embargo, generalmente es preferible que el sustrato esté compuesto por cerámica, madera, metal, piedra, plástico (superficies barnizadas), vidrio y/u hormigón. Es particularmente ventajoso repetir al menos una vez las etapas mediante las cuales se aplica el sistema sol-gel a un sustrato y posteriormente se seca. Esto tiene la ventaja de producir un recubrimiento superficial más denso. Es particularmente ventajoso que puedan usarse sistemas sol-gel de diferentes composiciones para las aplicaciones repetidas, permitiendo a un experto en la técnica adaptar las propiedades superficiales resultantes de manera muy precisa a los requisitos.

El sistema sol-gel preparado según la invención encuentra aplicación particularmente en tarjetas para PC y películas para muebles, en las que la resistencia al rayado de los recubrimientos es especialmente importante, como aglutinantes para lana de vidrio o lana de roca, en los que los efectos como aglutinante y como retardador del fuego son fundamentales, en aplicaciones de protección frente a la corrosión, en la producción de superficies fáciles de limpiar y de autolimpieza, incluyendo, en particular, superficies estructuradas, en sistemas de recubrimiento comerciales como un aditivo para aumentar la resistencia a la abrasión y resistencia a la suciedad a través del ajuste de la energía superficial, en piedras para reducir la efervescencia y proteger frente a manchas de café y vino tinto, grafitis y similares, y como aglutinantes para papel, piedra granular y sustancias naturales tales como paja, materiales textiles, etc.

La invención se describe a continuación con más detalle mediante referencia a realizaciones cuyo único fin es dilucidar, y no limitar, la invención.

### Ejemplo 1

#### a) Preparación de una fase de condensado con bajo contenido en disolvente

Se añaden 0,02 g de 1-metilimidazol (M1) a y se agitan con 139,0 g de glicidoxipropiltrióxidosilano (GP-TES) de Degussa-Hüls. Posteriormente, se añaden 45,6 g de bisfenol A (BPA) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Durante la reacción de adición que tiene lugar, la mezcla de reacción cambia de color, pasando de amarillo transparente a marrón oscuro. Después de la reacción, se añaden 28,4 g de ácido acético al 5% como agente hidrolizante y se deja que transcurra la hidrólisis a temperatura ambiente durante 16 horas. Luego se añaden 200 g de agua desionizada y se agita la mezcla durante 10 minutos. Se forman dos fases. Se separa la fase superior, acuosa, que contiene disolvente en un embudo de decantación.

#### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

Se añaden 25,0 g de tensioactivo Disponil® FES 993 IS (Cognis) a 100 g de la fase marrón oscura, ligeramente viscosa (residuo de condensación) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Tras 20 minutos, se añaden 375 g de agua calentada hasta 80°C y se homogeneiza la mezcla durante de 3 a 5 minutos con un aparato Ultraturax® (IKA).

La dispersión obtenida puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos conocidos de aplicación química por vía húmeda, y es particularmente adecuada para proteger metales ligeros y acero frente a la corrosión, como recubrimiento resistente a la abrasión para polímeros o, en el estado no disperso, como aditivo de barniz o tinta de impresión.

### Ejemplo 2

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

Inicialmente, el procedimiento es análogo al del ejemplo 1. Tras la reacción de adición, indicado por un cambio de color de la mezcla de reacción de amarillo transparente a marrón oscuro, se añaden 5 g de Dynasilan® F 8261 (Degussa-Hüls). Después de la reacción, se añaden 28,4 g de ácido acético al 5% como agente hidrolizante y se deja que transcurra la hidrólisis a temperatura ambiente durante 16 horas. Luego se añaden 200 g de agua desionizada y se agita la mezcla durante 10 minutos. Se forman dos fases. Se separa la fase superior, acuosa, que contiene disolvente en un embudo de decantación.

#### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

Se obtiene la emulsión exactamente de la misma manera que en el ejemplo 1.

Esta dispersión puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos conocidos de aplicación química por vía húmeda, y es particularmente adecuada para proteger metales ligeros y acero frente a la corrosión, como recubrimiento resistente a la corrosión para polímeros o, en el estado no disperso, como aditivo de barniz o tinta de impresión con baja energía superficial.

## ES 2 317 950 T3

### Ejemplo 3

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

5 Se añaden 1,35 g de ácido fórmico al 10% a y se agitan con 24,8 g de MEMO® (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Posteriormente, se añaden 0,32 g de sec-butóxido de aluminio (Fluka) y se agita la mezcla a temperatura ambiente durante 2 horas.

10 Luego se añaden 25 g de agua a la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se agita bien la mezcla. Se forman dos fases. Una vez que se han separado las fases, se separa directamente la fase orgánica. La adición de 0,8 g de fotoiniciador Irgacure 5000 (Ciba) hace que se cure la mezcla fotoquímicamente. Posteriormente se aplica la mezcla mediante rasqueta al sustrato, por ejemplo paneles de policarbonato o losas de piedra y se seca mediante un radiador de mercurio de alta presión con una potencia de irradiación de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que el sustrato recubierto pasa a través de una secadora UV. Se obtienen superficies resistentes al rayado, que muestran buena resistencia a la  
15 lana de acero.

#### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

20 Se añaden 20,0 g de tensioactivo Disponil® 286 (Cognis) a 100 g de la fase ligeramente viscosa (residuo de condensación) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Tras 20 minutos, se añaden 400 g de agua calentada hasta 80°C y se homogeneiza la mezcla durante de 3 a 5 minutos con un aparato Ultraturax® (IKA).

25 Esta dispersión puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos conocidos de aplicación química por vía húmeda tales como pulverización, inmersión, laminación y similares, y es particularmente adecuada como recubrimiento resistente a la corrosión para polímeros o, en el estado no disperso, como aditivo de barniz o tinta de impresión.

### 30 Ejemplo 4

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

35 Se añaden 1,35 g de ácido fórmico al 10% a y se agitan con 24,8 g de MEMO® (Degussa-Hüls) durante 4 horas a temperatura ambiente. Luego se añaden 25 g de agua a la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se agita bien la mezcla. Se forman dos fases. Una vez que se han separado las fases, se separa directamente la fase orgánica. Se realiza el curado fotoquímico tal como se describe en el ejemplo 3 en a.

#### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

40 Se añaden 20,0 g de tensioactivo Disponil® 286 (Cognis) a 100 g de la fase ligeramente viscosa (residuo de condensación) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Tras 20 minutos, se añaden 400 g de agua calentada hasta 80°C y se homogeneiza la mezcla durante de 3 a 5 minutos con un aparato Ultraturax® (IKA).

45 Esta dispersión puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos conocidos de aplicación química por vía húmeda tales como pulverización, inmersión, laminación y similares, y es particularmente adecuada como recubrimiento resistente a la corrosión para polímeros o, en el estado no disperso, como aditivo de barniz o tinta de impresión.

### 50 Ejemplo 5

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

55 Se añaden 1,35 g de ácido fórmico al 10% a y se agitan con 24,8 g de MEMO® (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Posteriormente, se añaden 0,32 g de sec-butóxido de aluminio (Fluka) y 0,73 g de Dynasilan® F 8261 y se agita la mezcla durante 2 horas a temperatura ambiente. Luego se añaden 25 g de agua a la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se agita bien la mezcla. Se forman dos fases. Una vez que se han separado las fases, se  
60 separa directamente la fase orgánica. Se realiza el curado fotoquímico de la mezcla mediante la adición de 0,8 g de fotoiniciador Irgacure® 500 (Ciba). Posteriormente se aplica la mezcla mediante rasqueta a sustratos tales como policarbonatos, pero también a losas de piedra y se seca mediante un radiador de mercurio de alta presión con una potencia de irradiación de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que el sustrato recubierto pasa a través de una secadora UV. Se obtiene una superficie resistente al rayado de baja energía superficial (aproximadamente 20 mJ/m<sup>2</sup>), que muestra buena resistencia  
65 a la lana de acero.

## ES 2 317 950 T3

### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

Se añaden 20,0 g de tensioactivo Disponil® 286 (Cognis) a 100 g de la fase ligeramente viscosa (residuo de condensación) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Tras 320 minutos, se añaden 400 g de agua calentada hasta 80°C y se homogeneiza la mezcla durante de 3 a 5 minutos con un aparato Ultraturax® (IKA).

La dispersión puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos convencionales de aplicación química por vía húmeda tales como pulverización, inmersión, laminación y similares, y es particularmente adecuada como recubrimiento resistente a la corrosión para polímeros o, en el estado no disperso, como aditivo de barniz o tinta de impresión.

### Ejemplo 6

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

Se añaden 1,35 g de ácido fórmico al 10% a y se agitan con 24,8 g de MEMO® (Degussa-Hüls) durante 3 horas. Posteriormente, se añaden 0,32 g de sec-butóxido de aluminio (Fluka) y 0,73 g de Dynasilan® F 8861 y se agita la mezcla a temperatura ambiente durante 2 horas. Luego se añaden 25 g de agua a la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se agita bien la mezcla. Se forman dos fases. Una vez que se han separado las fases, se separa directamente la fase orgánica. Se realiza el curado fotoquímico de la mezcla mediante la adición de 0,8 g de fotoiniciador Irgacure® 500 (Ciba). Posteriormente se aplica la mezcla mediante rasqueta a sustratos tales como paneles de policarbonato, pero también a losas de piedra y se seca mediante un radiador de mercurio de alta presión con una potencia de irradiación de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que las piezas recubiertas pasan a través de una secadora UV. Se obtiene una superficie resistente al rayado de baja energía superficial (aproximadamente 20 mJ/m<sup>2</sup>), que muestra buena resistencia a la lana de acero.

#### b) Preparación de una disolución de recubrimiento (recubrimiento mate, resistente a la abrasión)

Se añaden 11 g de carbonato de calcio en polvo (Calzimatt® 20 µm de Solvay) a y se mezcla meticulosamente con 11 g de la fase de condensado de baja viscosidad. Tras la adición de 0,37 g de Darocur® 1173, este material puede aplicarse sin dilución adicional, por ejemplo a mármol. Tras curado UV mediante un radiador de mercurio de alta presión con una potencia de irradiación de 2 J/cm<sup>2</sup> a medida que el sustrato recubierto pasa a través de una secadora UV, se obtiene una superficie mate, con acabado satinado que muestra alta resistencia a la abrasión, alta resistencia al café, vino tinto y otras clases de suciedad y buenas propiedades antideslizantes.

### Ejemplo 7

#### a) Preparación de la fase de condensado con bajo contenido en disolvente

Se añaden 1,35 g de butilato de zirconio a y se agitan con 17,3 g de metiltrietoxisilano (MTEOS) (Degussa-Hüls). Luego se añaden 10 g de ácido fórmico al 10% y se agita la mezcla a temperatura ambiente durante 48 horas. Posteriormente, se añaden 25 g de agua a la mezcla de reacción en un embudo de decantación y se agita bien la mezcla. Se forman dos fases. Luego se separa la fase de condensado (fase inferior).

#### b) Preparación de una emulsión (contenido en sólidos de aproximadamente el 15%)

Se añaden 20,0 g de tensioactivo Disponil® 1080 (Cognis) a 100 g de la fase ligeramente viscosa (residuo de condensación) y se calienta la mezcla hasta 80°C en un baño de agua mientras está agitándose. Tras 20 minutos, se añaden 400 g de agua calentada hasta 80°C y se homogeneiza la mezcla durante de 3 a 5 minutos con un aparato Ultraturax® (IKA).

Esta dispersión puede aplicarse a cualquier sustrato por medio de métodos convencionales de aplicación química por vía húmeda tales como pulverización, inmersión, laminación y similares, y es particularmente adecuada como aglutinante para lana de vidrio, lana de roca, papel, piedra granular, madera, sustancias naturales (por ejemplo, paja), materiales textiles, etc.

# ES 2 317 950 T3

## REIVINDICACIONES

1. Método de preparación de sistemas sol-gel con bajo contenido en disolvente que comprende las etapas de:

- a) hidrolizar y condensar un silano y/o un alcóxido y/o varios alcóxidos de entre Al, Ce, Ga, Ge, Sn, Ti, Zr, Hf, V, Nb y Ta,
- b) añadir a la mezcla de reacción agua más que suficiente para producir una separación de fases en una fase de condensado y una fase acuosa,
- c) separar la fase de condensado que contiene el sistema sol-gel con bajo contenido en disolvente, y
- d) recubrir un sustrato con el sistema sol-gel con bajo contenido en disolvente.

2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el silano usado en la etapa a) es glicidiloxipropil-trietoxisilano (GPTES), 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPTS), metiltrietoxisilano (MTEOS) o tetraetoxisilano (TEOS), viniltrietoxisilano (VTES) o viniltrimetoxisilano (VTMS).

3. Método según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque la fase de condensado de la etapa c) se reabsorbe en agua.

4. Método según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado** porque un agente emulsionante se añade a y se mezcla con la fase de condensado de la etapa c) para producir una fase mixta, que posteriormente se absorbe en agua.

5. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque tras la hidrólisis o condensación, los compuestos solubles en agua entre los compuestos usados en la etapa a) se convierten en una forma insoluble en agua a través de la reacción con compuestos insolubles en agua.

6. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la fase de condensado se mezcla con del 0,5 al 100% en peso de nanopartículas, con respecto a la fase de condensado.

7. Método según la reivindicación 6, **caracterizado** porque las nanopartículas son de 2 a 300 nm de tamaño.

8. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el sistema sol-gel se aplica a un sustrato mediante un procedimiento químico por vía húmeda, en particular mediante pulverización, colada, inundación, inmersión, recubrimiento por centrifugación, laminación o impresión.

9. Método según la reivindicación 8, **caracterizado** por una etapa de secado que dura de 1 segundo a varias horas a una temperatura en el intervalo de desde aproximadamente 20 hasta 500°C.

10. Método según la reivindicación 9, **caracterizado** porque la etapa de secado se lleva a cabo en un horno de aire forzado o por medio de radiación electromagnética adecuada, tal como radiación UV, IR, de electrones o de microondas.

11. Método según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque el sustrato se compone de vidrio, cerámica, madera, metal, piedra, plástico y/u hormigón.

12. Método según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque las etapas de aplicación del sol-gel y de secado se repiten al menos una vez.

13. Método según la reivindicación 12, **caracterizado** porque se usan sistemas sol-gel de diferentes composiciones para las aplicaciones repetidas.