

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 372 325**

51 Int. Cl.:
C09D 167/06 (2006.01)
C08K 3/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08159208 .1**
96 Fecha de presentación: **27.06.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2017314**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.01.2009**

54 Título: **NUEVA FORMULACIÓN DE REVESTIMIENTO DE GEL.**

30 Prioridad:
20.07.2007 US 780765

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
18.01.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
18.01.2012

73 Titular/es:
EVONIK DEGUSSA GMBH
RELLINGHAUSER STRASSE 1-11
45128 ESSEN, DE

72 Inventor/es:
Toth, James J. y
Romaine, Matt

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 372 325 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

Nueva formulación de revestimiento de gel

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a nuevas composiciones de revestimiento de gel, tanto en forma curada como no curada, en particular nuevas composiciones de revestimiento de gel marinas, a un procedimiento para su fabricación así como a su uso para revestir superficies expuestas a la luz, el agua y los disolventes.

10 Ventajas adicionales y otros rasgos de la presente invención se recogerán, en parte, en la descripción que sigue y, en parte, resultarán evidentes a los expertos ordinarios en la técnica tras un examen de lo que sigue o se puede aprender de la práctica de la presente invención. Las ventajas de la presente invención se pueden comprender y obtener tal como se señala particularmente en las reivindicaciones adjuntas. Como se comprenderá, la presente invención es capaz de otras diferentes realizaciones, y sus varios detalles son capaces de modificaciones en diversos aspectos obvios, todo ello sin apartarse de la presente invención. La descripción se ha de considerar como de naturaleza ilustrativa y no restrictiva.

Antecedentes de la invención

15 Revestimientos de gel son resinas de alto rendimiento, en particular resinas de poliéster insaturado (UPE – siglas en inglés), que se aplican al exterior de un producto/artículo para fines estéticos, pero también para proporcionar una resistencia a la intemperización. Los revestimientos de gel ser transparentes o coloreados. Los revestimientos de gel coloreados contienen típicamente un alto porcentaje de cargas tales como talco, carbonato de calcio, dióxido de titanio u otros pigmentos.

20 El uso de sílice de combustión en revestimientos de gel, especialmente en resinas de poliéster insaturado (UPE), es una tecnología antigua y muy bien conocida. La sílice precipitada también ha sido utilizada desde al menos los primeros años de los 80. En 1985, a J. M. Huber Corporation se le concedió una patente en EE.UU. nº 4.497.918 para utilizar combinaciones de sílice precipitada y de combustión en formulaciones de poliéster insaturado tixotrópicas. Revestimientos de gel marinos similares se describen en el documento US 200710001343.

25 Tanto la sílice de combustión como la sílice precipitada estándar tienen limitaciones cuando se utilizan en formulaciones de revestimiento de gel para entornos marinos u otros entornos corrosivos. La sílice de combustión tiende a provocar porosidad en el revestimiento de gel curado. La presencia de porosidad puede minar la calidad de las resinas resistentes a la corrosión, ya que la porosidad hace que el revestimiento sea susceptible a una intemperización acelerada y a la formación de ampollas cuando se expone a la luz, el agua, los disolventes, etc.
30 Sílice precipitada estándar puede reducir enormemente la presencia de la porosidad, pero puede conducir a un mayor nivel de presión osmótica y, así, a una tasa más rápida de intemperización.

En comparación con la sílice precipitada, la sílice de combustión es más eficaz para añadir viscosidad, es más tixotrópica y proporciona una claridad mejor. Por otra parte, ventajas de la sílice precipitada, comparadas con la sílice de combustión, incluyen una dispersión más rápida e independiente de la cizalla, un menor coste, mejor nivelación del revestimiento o colada y, en algunos casos, una menor deriva de la viscosidad. Como consecuencia, en muchos casos se utiliza una mezcla de sílice de combustión y precipitada para conseguir los beneficios de estos dos tipos de sílice. Sin embargo, esta no es una situación aceptable para los fabricantes de revestimientos de gel, ya que se han de adquirir y almacenar dos tipos diferentes de sílice, lo que determina la necesidad de dos dispositivos de almacenamiento diferentes. Además, sigue siendo necesario utilizar al menos sílice parcialmente de combustión, con un precio mucho más elevado en comparación con la sílice precipitada.
40

Otras medidas que se han utilizado para evitar un aspecto blancuzco y turbio, en particular de embarcaciones, incluye aplicar una composición de revestimiento de gel transparente inicial a la superficie del molde de la embarcación, seguido de una composición de revestimiento de gel pigmentada y con cargas aplicada por detrás del revestimiento transparente, o aplicar una composición de revestimiento de gel pigmentada y con cargas a la superficie del molde de la embarcación y revestir la parte de la embarcación (por ejemplo un casco) desmoldeada final con una pintura exterior para automóviles. Ambas medidas requieren tiempo y materiales extras e introducen una interfase requerida adicional en la parte de la embarcación acabada.
45

Por lo tanto, en resumen, se puede establecer que existe una fuerte necesidad de nuevos revestimientos de gel adecuados para reducir los costes y simplificar el proceso de producción.

50

Sumario de la invención

5 Un problema en el que subyace la presente invención era proporcionar un nuevo revestimiento de gel del que se hayan eliminado por completo o, al menos en parte, las desventajas arriba mencionadas de los revestimientos de gel del estado conocido de la técnica. Un objetivo adicional era proporcionar un procedimiento para preparar revestimientos de gel de este tipo.

Se ha encontrado ahora, sorprendentemente, por parte de los autores de la invención que estos problemas se pueden resolver mediante composiciones de revestimiento de gel según se describen en esta memoria y utilizando, en particular, una sílice precipitada que tenga

- una superficie según BET de 150 a 250 m²/g
- 10 - un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Una primera realización de la presente invención son composiciones de revestimiento de gel curadas y no curadas, que comprenden al menos una sílice precipitada que tiene

- 15 - una superficie según BET de 150 a 250 m²/g
- un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso.

20 La presente invención proporciona también revestimientos de gel curados y no curados que comprenden sílice precipitada que, además de los parámetros arriba indicados, e independientemente uno de otro, tiene uno o más de los siguientes parámetros físico-químicos:

- una conductividad menor que o igual a 450 μS/cm
- un tamaño medio de partículas de 0,1 a 14 μm.

La presente invención proporciona, además, un procedimiento para preparar revestimientos de gel curados y no curados que comprenden al menos una sílice precipitada que tiene

- 25 - una superficie según BET de 150 a 250 m²/g
- un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso,

en donde la o las sílices se combinan (por ejemplo mezclan) con al menos una resina de poliéster insaturado.

30 La presente invención proporciona también un procedimiento para preparar revestimientos de gel curados y no curados, en el que la sílice precipitada, además de los parámetros arriba establecidos, independientemente uno de otro, tiene uno o más de los siguientes parámetros físico-químicos:

- una conductividad menor que o igual a 450 μS/cm
- un tamaño medio de partículas de 0,1 a 14 μm.

35 La presente invención proporciona, además, productos/artículos revestidos con los revestimientos de gel curados y no curados de la presente invención, y métodos para revestir artículos con revestimientos de gel de la invención. En particular, se prefieren artículos tales como partes de embarcaciones (cascos, etc.) que comprenden un revestimiento de gel de la presente invención en su capa más externa que está expuesta al medio ambiente.

Los revestimientos de gel de la presente invención muestran varias ventajas en comparación con revestimientos de gel conocidos en la técnica anterior.

40 Una ventaja importante es que los revestimientos de gel de la invención muestran un excelente comportamiento de aplicación sin la necesidad de utilizar una mezcla de sílice precipitada y de combustión. En otras palabras, uno de los

problemas clave que ha sido resuelto es que ahora es posible utilizar solamente una carga, es decir, la sílice precipitada descrita anteriormente, o al menos reducir la cantidad de sílice pirógena de manera significativa y, así, reducir de forma significativa el coste de la formulación.

5 Una ventaja adicional de los revestimientos de gel de la invención es su comportamiento superior en comparación con revestimientos de gel convencionales. Los revestimientos de gel de la invención muestran, por ejemplo, una resistencia mejorada a la intemperización y a la formación de ampollas cuando se exponen a la luz, el agua, disolventes, etc. Además, después de la exposición al agua a lo largo de un período de tiempo prolongado no se podían observar cambios significativos en el color del revestimiento de gel. Este efecto es particularmente perceptible en colores oscuros.

10 Así, las composiciones de revestimiento de gel de la invención se pueden producir con un menor coste debido a la nueva carga y, simultáneamente, mostrar comportamientos de aplicación mejorados.

15 Las expresiones revestimiento o revestimientos de gel y composición o composiciones de revestimiento de gel se utilizan en esta memoria de forma sinónima. Un revestimiento de gel de acuerdo con la presente invención comprende al menos una resina, preferiblemente resina previamente potenciada, más preferiblemente un poliéster, de manera particularmente preferida un poliéster insaturado, y puede ser transparente o coloreada. En particular, revestimientos de gel preferidos de la presente invención son revestimientos de gel marinos, especialmente revestimientos de gel marinos utilizados para revestir embarcaciones, de manera muy especial embarcaciones grandes, que están sumergidas durante largos períodos de tiempo (p. ej. durante una semana o más, un mes o más, o incluso durante más tiempo) en un entorno corrosivo tal como agua salina o dulce. Revestimientos de gel curados y no curados de la invención pueden comprender más de una tanda de sílice que cumpla los requisitos establecidos, y pueden incluir aditivos adicionales, incluidos los descritos con detalle más abajo. Los expertos ordinarios en la técnica conocen la forma de curar composiciones de revestimiento de gel, por ejemplo a la temperatura ambiente y/o con calentamiento. Así, en base a la presente descripción, los expertos ordinarios en la técnica pueden preparar los presentes revestimientos de gel tanto en forma curada como no curada. Tal como se comenta en esta memoria, el o los revestimientos de gel y la o las composiciones de revestimiento de gel de la invención incluyen tanto formas curadas como no curadas de los mismos.

En una realización preferida, los revestimientos de gel de la invención son composiciones de revestimiento de gel coloreadas y comprenden al menos una sílice precipitada que tiene las siguientes propiedades físico-químicas:

- una superficie según BET de 150 a 250 m²/g, incluidos 170, 190, 200, 210 y 230 m²/g,
- 30 - un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso, incluidos más de 99 y 99,5% en peso,
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso, incluido menor que o igual a 0,4, 0,2 y 0,1% en peso.

35 Sin estar ligados por ninguna teoría específica, los autores de la invención son de la opinión de que la superior resistencia a la intemperie de los revestimientos de gel de la invención es provocada por la sílice precipitada que se ha utilizado. En particular, la elevada pureza de la sílice utilizada, es decir, el elevado contenido en SiO₂ y el bajo contenido en óxido de sodio en comparación con sílice precipitada estándar, puede ser la responsable, al menos en parte, del superior comportamiento obtenido. Así, en una realización preferida de la invención, la sílice precipitada utilizada tiene uno o más de lo siguiente:

40 un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 99,0% en peso, más preferiblemente entre 99,0 y 99,95% en peso, lo más preferiblemente 99,0 a 99,9% en peso y, de manera particularmente preferida, 99,1 a 99,85% en peso;

un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 0,5% en peso, incluso más preferiblemente de 0,1 a 0,40% en peso, lo más preferiblemente de 0,01 a 0,30% en peso, de manera especialmente preferida de 0,01 a 0,20% en peso y, de manera muy especialmente preferida, de 0,02 a 0,10% en peso.

45 Un parámetro que caracteriza la porosidad y, así, las propiedades de espesamiento de la sílice precipitada utilizada en los revestimientos de gel es la superficie según BET. La superficie según BET de la sílice utilizada en los revestimientos de gel de la invención es de 150 a 250 m²/g, preferiblemente de 160 a 210 m²/g, más preferiblemente de 170 a 200 m²/g y, de manera especialmente preferida, de 170 a 195 m²/g.

50 El efecto anti-blanqueo y anti-turbidez de las composiciones de revestimiento de gel de la presente invención se puede mejorar adicionalmente si el contenido global en sal, es decir, no solamente el contenido en Na₂O, de la sílice

precipitada utilizada se reduce a una cantidad mínima. Algunas de las otras sales más típicas incluyen SO_3 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , K_2O y TiO_2 . El contenido global en sales viene caracterizado por la conductividad de la sílice precipitada. Por consiguiente, en otra realización preferida, la sílice precipitada utilizada en los revestimientos de gel de la presente invención exhibe una conductividad menor que o igual a $450 \mu\text{S}/\text{cm}$, más preferiblemente menor que o igual a $350 \mu\text{S}/\text{cm}$, incluso de manera más preferible de $0,1$ a $250 \mu\text{S}/\text{cm}$, muy preferiblemente de 1 a $150 \mu\text{S}/\text{cm}$, con especial preferencia de 10 a $100 \mu\text{S}/\text{cm}$, con muy especial preferencia de 10 a $80 \mu\text{S}/\text{cm}$ y, lo más preferiblemente, de 10 a $50 \mu\text{S}/\text{cm}$.

Otra mejora de los revestimientos de gel de la invención se puede conseguir si el tamaño medio de las partículas de la sílice precipitada utilizada está en el intervalo preferido de $0,1$ a $1 \mu\text{m}$. Una partícula pequeña permite producir una superficie lisa del revestimiento y, además, puede contribuir a la resistencia al rayado del revestimiento. Tamaños medios de partículas preferidos incluyen de $0,5 \mu\text{m}$ a $1 \mu\text{m}$, más preferiblemente de $1 \mu\text{m}$, muy preferiblemente de 2 a $8,5 \mu\text{m}$, con especial preferencia de 4 a $8,5 \mu\text{m}$.

La sílice precipitada descrita también actúa en calidad de agentes tixotrópicos que, cuando se añaden a la composición de revestimiento de gel, cambiarán generalmente la pendiente de su curva de reología, preferiblemente sin una degradación indeseable de las propiedades de la composición de revestimiento de gel curado. A este respecto, la cantidad de sílice precipitada en los revestimientos de gel de la presente invención no está específicamente limitada, y se puede variar de acuerdo con los resultados deseados. Sin estar limitadas, cantidades típicas incluyen de $0,1$ a 15% en peso, preferiblemente de $0,5$ a 10% en peso y, más preferiblemente, de $0,5$ a $2,5\%$ en peso del peso total de la composición de revestimiento de gel, incluidos $1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14$ y 15% , así como todos los valores y sub-intervalos entre los mismos.

Productos de sílice precipitada empleados en la presente invención incluyen materiales de dióxido de silicio sintéticos, preparados mediante la acidificación de un silicato de metal alcalino tal como silicato de sodio con un acidificante tal como ácido sulfúrico, bajo condiciones de reacción controladas. La sílice precipitada difiere de la sílice pirogénica, también denominada sílice de combustión, que son bien conocidas en la técnica y que se preparan mediante la hidrólisis de vapor de tetracloruro de silicio en una llama de hidrógeno y oxígeno a temperatura elevada. La sílice pirogénica se vende comercialmente bajo nombres comerciales tales como Cab-o-Sil® y Aerosil®.

Una sílice precipitada que se comporta de forma útil en los revestimientos de gel de la invención está disponible en el mercado, p. ej. la Sipernat® FPS-5 de Degussa® Corporation, Parsippany, NJ, EE.UU.

Además de la sílice precipitada descrita anteriormente, las composiciones de revestimiento de gel de la presente invención pueden comprender opcionalmente al menos un pigmento inorgánico y/u orgánico. Pigmentos representativos imparten coloración (incluida una coloración blanca o negra) y una opacidad a las composiciones de revestimiento de gel descritas y, habitualmente, se obtienen en forma de un pasta u otra dispersión del pigmento seco en un soporte compatible, p. ej. a aproximadamente 15 hasta aproximadamente 40% en peso de sólidos de pigmento seco basados en el peso de la dispersión. La dispersión de pigmentos puede contener también agentes humectantes, agentes dispersantes e inhibidores, en pequeñas cantidades. Resinas de soporte adecuadas incluyen resinas de poliéster insaturado, resinas de poliéster saturado, diacrilatos de uretano, siliconas acrílicas u otros soportes que resultarán familiares a los expertos en la técnica. La dispersión de pigmentos puede prepararse, por ejemplo, añadiendo el pigmento y otros ingredientes a la resina de soporte y mezclando luego en una máquina de molienda. Pigmentos representativos incluyen pigmentos orgánicos o inorgánicos, tratados o no tratados, y mezclas de los mismos tales como dióxido de titanio, negro de carbono, negro de óxido de hierro, azul ftalo, verde ftalo, magenta quinacridona, naranja LF, rojo arilida, rojo quinacridona, óxido rojo, violeta quinacridona, amarillo claro LF, óxido de amarillo y otros pigmentos que resultarán familiares para los expertos en la técnica. Pigmentos adecuados están disponibles en el comercio de una diversidad de suministradores, incluidos Ciba Specialty Chemicals, Sun Chemical, Clariant y Cabot Corp. Los pigmentos se utilizan preferiblemente en una cantidad suficiente para proporcionar un revestimiento curado opaco al nivel de espesor deseado, p. ej. a pesos de la dispersión de pigmentos de aproximadamente 1 a aproximadamente 30% en peso, de aproximadamente 5 a aproximadamente 25% en peso o de aproximadamente 5 a aproximadamente 20% en peso de la composición de revestimiento de gel.

Además, los revestimientos de gel pueden comprender, opcionalmente, al menos otra carga extendedora tal como arcilla, caliza molida, mica, talco, trihidrato de aluminio, sulfato de bario, sílice precipitada estándar, sílice de combustión y similares. Dichas cargas extendedoras pueden contribuir también a impartir tixotropía a los revestimientos de gel de la invención. A pesar de ello, se ha de enfatizar que las composiciones de revestimiento de gel de la invención que comprenden una sílice precipitada con propiedades físico-químicas según se describen anteriormente se pueden producir sin cargas extendedoras adicionales sin una disminución en su comportamiento, es posible, no obstante, añadir cargas adicionales de este tipo si se desea. Estas cantidades de cargas de este tipo no están limitadas, a pesar de que típicamente se añaden en cantidades de aproximadamente 5 hasta

aproximadamente 40% en peso de la composición de revestimiento de gel.

En el caso de que los revestimientos de gel de la invención sean composiciones de revestimiento de gel marinas, éstas están preferiblemente lo suficientemente exentas de carga extendedora atacable por el agua (p. ej. accesible al agua y susceptible al agua), de modo que el revestimiento curado no exhibirá un aspecto blanquecino y turbio después de inmersión en agua durante largo tiempo. Cargas extendedoras típicas en ese caso incluyen fibra de vidrio troceada o molida, talco, dióxido de silicón, dióxido de titanio, wollastonita, mica, alúmina trihidrato, arcilla, carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbonato de bario, sulfato de calcio, sulfato de magnesio y sulfato de bario. Mientras que se pueden tolerar pequeñas cantidades de carga extendedora atacable por el agua, en la composición de revestimiento de gel se emplea preferiblemente no más de aproximadamente 2% en peso y, más preferiblemente, no más de aproximadamente 1% en peso, incluidos no más de 0,8, 0,5, 0,3 y 0,1% en peso de carga extendedora atacable por el agua.

Un componente de las composiciones de revestimiento de gel de la presente invención es la resina de alto rendimiento. En las composiciones de revestimiento de gel descritas se puede emplear cualquier diversidad de resinas de poliéster insaturado. Resinas de poliéster insaturado representativas se describen en las patentes de EE.UU. n.ºs 4.742.121, 5.567.767, 5.571.863, 5.688.867, 5.777.053, 5.874.503 y 6.063.864 y en las solicitudes PCT publicadas n.ºs WO 94107674 A1, WO 00123495 A1 y WO 031101918 A2. La resina de poliéster se puede preparar a partir de la condensación de uno o más ácidos carboxílicos (tales como ácidos carboxílicos mono-, di- o poli-funcionales insaturados o saturados) o sus derivados (tales como anhídridos de ácidos, C, ésteres alquílicos, etc.) con uno o más alcoholes (incluidos alcoholes mono-funcionales, di-funcionales y poli-funcionales). El ácido carboxílico o derivado puede ser, por ejemplo, una mezcla de un ácido carboxílico insaturado o derivado y un ácido carboxílico saturado o derivado. Los ácidos carboxílicos insaturados o sus derivados pueden tener, por ejemplo, aproximadamente 3 a aproximadamente 12, aproximadamente 3 a aproximadamente 8 o aproximadamente 4 a aproximadamente 6 átomos de carbono. Ácidos carboxílicos insaturados representativos y sus derivados incluyen ácido maleico, ácido fumárico, ácido cloromaleico, ácido itacónico, ácido citracónico, ácido metilglutárico, ácido mesacónico, ácido acrílico, ácido metacrílico y ésteres o anhídridos de los mismos. Ácidos carboxílicos insaturados representativos y sus derivados incluyen los ácidos maleico, fumárico, ésteres fumáricos y anhídridos de los mismos. Un ácido carboxílico insaturado o su derivado puede estar presente, por ejemplo, en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 90 por ciento en moles, aproximadamente 35 a aproximadamente 75 por ciento en moles o aproximadamente 50 a aproximadamente 65 por ciento en moles de los ácidos o derivados de ácidos utilizados para preparar la resina de poliéster insaturado. Los ácidos carboxílicos saturados y sus derivados pueden tener, por ejemplo, de aproximadamente 8 a aproximadamente 18, de aproximadamente 8 a aproximadamente 15 o de aproximadamente 8 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Ácidos carboxílicos saturados representativos y sus derivados pueden ser aromáticos, alifáticos o una combinación de los mismos, e incluyen ácido succínico, ácido glutárico, ácido d-metilglutárico, ácido adípico, ácido sebáico, ácido pimélico, anhídrido ftálico, ácido o-ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido dihidroftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido o anhídrido hexahidroftálico, ácido tetracloroftálico, ácido o anhídrido cloréndico, ácidos dodecanodicarboxílicos, anhídrido náico, ácido o anhídrido cis-5-norborneno-2,3-dicarboxílico, dicarboxilato dimetil-2,6-nafténico, ácido dicarboxílico dimetil-2,6-nafténico, ácido o anhídrido dicarboxílico nafténico y ácido 1,4-ciclohexano-dicarboxílico. Otros ácidos carboxílicos representativos incluyen ácido etilhexanoico, ácido propiónico, ácido trimelítico, ácido benzoico, ácido 1,2,4-bencenotricarboxílico, ácido 1,2,4,5-bencenotetracarboxílico y anhídridos de los mismos. Ácidos carboxílicos saturados aromáticos representativos incluyen ácido o-ftálico, ácido isoftálico y sus derivados. Ácidos carboxílicos saturados alifáticos representativos incluyen ácido 1,4-ciclohexano-dicarboxílico, ácido hexahidroftálico, ácido adípico y sus derivados. Los ácidos carboxílicos saturados o sus derivados pueden estar presentes, por ejemplo, en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 80 por ciento en moles, de aproximadamente 25 a aproximadamente 65 por ciento en moles o de aproximadamente 35 a aproximadamente 50 por ciento en moles de los ácidos o derivados de ácidos utilizados para producir la resina de poliéster insaturado. También puede estar presente un ácido carboxílico aromático, por ejemplo en una cantidad de 0 a 100 por ciento, de 0 a aproximadamente 50 por ciento o de 0 a aproximadamente 25 por ciento de los ácidos saturados o derivados de ácidos utilizados para producir la resina de poliéster insaturado, y un ácido alifático carboxílico puede estar presente, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 100 por ciento, de aproximadamente 50 a 100 por ciento o de aproximadamente 75 a 100 por ciento de los ácidos saturados o derivados de ácidos utilizados para producir la resina de poliéster insaturado.

Alcoholes representativos para uso en la producción de resinas de poliéster insaturado incluyen alcanodiolos y oxalcanodiolos tales como etilenglicol, 1,2-propilenglicol, propano-3-diol, 1,3-butilenglicol, buteno-1,4-diol, hexano-1,6-diol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, ciclohexano-1,2-diol, 2,2-bis-(p-hidroxiciclohexil)-propano, 5-norborneno-2,2-dimetilol, 2,3-norborneno-diol, ciclohexano-dimetanol y similares. Se pueden preferir alcoholes que tengan una neo-estructura tales como 1,2-propanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2,2-dimetil-heptanodiol, 2,2-dimetil-

octanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol (neopentilglicol), pentaeritritol, dipentaeritritol, tripentaeritritol, trimetilolpropano, di-trimetilolpropano, 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, 2-butil-2-etil-1,3-propanodiol, 3-hidroxi-2,2-dimetilpropil-3-hidroxi-2,2-dimetilfirrolpanato y similares. También se pueden utilizar alcoholes monofuncionales para preparar la resina de poliéster insaturado. Alcoholes monofuncionales representativos incluyen alcohol bencílico, ciclohexanol, alcohol 2-etilhexílico, 2-ciclohexil-etanol, 2,2-dimetil-1-propanol y alcohol laurílico. En los casos en los que se utiliza un alcohol monofuncional, la cantidad puede ser, por ejemplo, menor que aproximadamente 10 por ciento en moles o menor que aproximadamente 5 por ciento en moles de los alcoholes utilizados para producir la resina de poliéster insaturado.

La resina de poliéster insaturado se puede preparar mediante técnicas de esterificación que resultarán familiares para los expertos en la técnica, por ejemplo utilizando catalizadores (p. ej. catalizadores de esterificación o transesterificación) que igualmente resultarán familiares para los expertos en la técnica. El proceso de esterificación se lleva a cabo típicamente hasta que el poliéster alcance un índice de acidez correspondiente al peso molecular deseado. Por ejemplo, el índice de acidez final puede ser de aproximadamente 7 a aproximadamente 30, el peso molecular medio numérico (Mn) puede ser de aproximadamente 800 a aproximadamente 3.600, y el peso molecular medio ponderal (Mw) puede ser de aproximadamente 1.300 a aproximadamente 11.000. El índice de acidez se puede reducir aumentando la temperatura de reacción, llevando a cabo la reacción durante un período de tiempo más prolongado o añadiendo un neutralizador de ácidos, según resultará familiar para los expertos en la técnica.

La resina de poliéster insaturado también se puede formar haciendo reaccionar un oligoéster con un peso molecular medio ponderal de aproximadamente 200 hasta aproximadamente 4.000 con un diisocianato y un (met)acrilato de hidroxialquilo para proporcionar un acrilato de uretano que tenga grupos vinilo terminales, según se describe en la solicitud de patente de EE.UU. n° de serie 101521.225 antes mencionada. La resina de acrilato de uretano se puede utilizar tal cual, o en mezcla con otra resina de poliéster insaturado tal como una resina de poliéster insaturado alifático o aromático.

Aunque no está limitado, la resina de poliéster insaturado puede representar, por ejemplo, de aproximadamente 25 a aproximadamente 94% en peso, de aproximadamente 30 a aproximadamente 89% en peso o de aproximadamente 40 a aproximadamente 79% en peso de la composición de revestimiento de gel.

Aparte de los componentes descritos anteriormente, los revestimientos de gel de la invención pueden comprender componentes adicionales que se describen más abajo.

Se pueden utilizar diluyentes reactivos. Ejemplos representativos incluyen vinilbenceno (monómero de estireno), metacrilato de metilo (MMA), y diluyentes reactivos contaminantes del aire no peligrosos (no – HAPS) tales como estirenos sustituidos (p. ej. viniltolueno, para-butilo terciario-estireno, para-metilestireno o divinilbenceno); ésteres mono-, di- y poli-funcionales de ácidos monofuncionales insaturados (tales como ácido acrílico y ácido metacrílico) con alcoholes o polioles que tengan de 1 a aproximadamente 18 átomos de carbono; y ésteres mono-, di- y poli-funcionales de alcoholes monofuncionales insaturados con ácidos carboxílicos o sus derivados que tengan de 1 a aproximadamente 18 átomos de carbono. Otros diluyentes reactivos adecuados incluyen, por ejemplo, acrilatos, metacrilatos, ftalatos tales como ftalato de dialilo; cianuratos de trialilo; éteres vinílicos; y similares. Acrilatos y metacrilatos representativos incluyen dimetacrilato de butanodiol, trimetacrilato de trimetilolpropano, dimetacrilato de etileno (EGDMA), dimetacrilato de polietilenglicol (PEGDMA), dimetacrilato de polipropilenglicol (PPGDMA), trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), trimetacrilato de tetrametilolpropano, dimetacrilato de dipropilenglicol, metacrilato de isodecilo, dimetacrilato de 1,3-butilenglicol, metacrilato de 2-hidroxi-etilo (2-HEMA), dimetacrilato de 1,6-hexanodiol (HDODMA), dimetacrilato de trietilenglicol (TEGDMA), metacrilato de acetoacetoxietilo (AAEM) y los homólogos de acrilato de los mismos. Se pueden utilizar mezclas de diluyentes reactivos. Diluyentes reactivos preferidos incluyen estireno, metacrilato de metilo, viniltolueno, para-butilo terciario-estireno, para-metilestireno, EGDMA, 2-HEMA y mezclas de los mismos. El diluyente reactivo puede representar, por ejemplo, de aproximadamente 5 a aproximadamente 50% en peso, aproximadamente 10 a aproximadamente 45% en peso o aproximadamente 20 a aproximadamente 35% en peso de la composición de revestimiento de gel.

Otro componente que puede estar presente es uno o más promotores. Promotores representativos para uso en las composiciones de revestimiento de gel son especies donantes de electrones que ayudan a la descomposición de un iniciador o catalizador y que facilitan o aceleran el curado de la composición de revestimiento de gel a temperaturas relativamente bajas, p. ej. a temperaturas de aproximadamente 0 hasta aproximadamente 30°C. Promotores representativos incluyen compuestos metálicos (p. ej. sales de cobalto, manganeso, potasio, hierro, vanadio, cobre y aluminio de ácidos orgánicos); aminas (p. ej. dimetilalanilina, dietilalanilina, fenil-dietanolamina, dimentil-paratoluidina y 2-aminopiridina); ácidos de Lewis (p. ej. fluoruro de boro dihidrato y cloruro férrico); bases (p. ej. hidróxido de tetrametil-amonio); sales de amonio cuaternarias (p. ej. cloruro de trimetil-bencil-amonio y cloruro de tetraquismetilol-fosfonio); compuestos de azufre (p. ej. dodecil-mercaptano y 2-mercaptoetanol); acetoacetamida de dimetilo;

acetoacetato de etilo; acetoacetato de metilo y mezclas de las mismas. Por ejemplo, para facilitar la descomposición a baja temperatura de catalizadores de peróxido y curar las composiciones de revestimiento de gel descritas se pueden utilizar sales de cobalto de ácidos orgánicos. Promotores preferidos incluyen octanoato de cobalto, octanoato de potasio, acetoacetamida de dimetilo, acetoacetato de etilo, acetoacetato de metilo y mezclas de los mismos. Los

5 promotores se utilizan típicamente en una cantidad de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 3% en peso o de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2% en peso de la composición de revestimiento de gel.

Otro componente que puede estar presente es uno o más inhibidores. Los inhibidores ayudan a prolongar o mantener la duración de conservación de la composición de revestimiento de gel no curada, e incluyen inhibidores de los radicales libres o agentes depuradores tales como quinonas (p. ej. hidroquinona (HQ), toluhidroquinona (THQ), mono-butilo terciario-hidroquinona (MTBHQ), di-butilo terciario-hidroquinona (DTBHQ), naftaquinona (NQ) y monometil-éter-hidroquinona (MEHQ)), hidroxitolueno butilado (BHT), catecol butílico terciario (TBC) y similares. La cantidad de inhibidor puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,5% en peso, de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,3% en peso o de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,1% en peso de la composición de revestimiento de gel.

10

La composición de revestimiento de gel también puede incluir otros adyuvantes que resultarán familiares para los expertos en la técnica, incluidos supresores, agentes tensioactivos, agentes que provocan el desprendimiento de aire, iniciadores y catalizadores. Los agentes supresores pueden reducir las emisiones orgánicas volátiles, e incluyen materiales descritos en la patente de EE.UU. n° 5.874.503 arriba mencionada. Cuando se emplean, la cantidad de agente supresor puede ser, por ejemplo, de hasta aproximadamente 2% en peso hasta aproximadamente 1,5% en peso o de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1% en peso de la composición de revestimiento de gel.

15

Agentes tensioactivos se pueden añadir para reducir la tensión superficial en la superficie del revestimiento de gel curado, e incluyen siliconas tales como dimetilsiliconas, productos de condensación líquidos de dimetilsilano-diol, metil-hidrógeno-polisiloxanos, productos de condensación líquidos de metil-hidrógeno-siloxano-dioles, dimetilsiliconas, aminopropiltriethoxisilano y metil-hidrógeno-polisiloxanos, y tensioactivos fluorocarbonados tales como alquil-carboxilatos de potasio fluorados, alquil-yoduros de amonio cuaternario fluorados, perfluoroalquil-carboxilatos de amonio, alquil-polioxi-etilen-etanoles fluorados, alcoxilatos de alquilo fluorados, ésteres alquílicos fluorados y perfluoroalquil-sulfonatos de amonio. Agentes tensioactivos comercialmente disponibles y representativos incluyen el tensioactivo de silicona BYK-306TM (de BYK-Chemie USA, Inc.), tensioactivos de silicona DCIOO y DC200 (de Dow Corning Co.), la serie de aditivos MODAFO (de Solutia, Inc) y tensioactivos de silicona SF-69 y SF-99 (de GE silicones Co.). Cuando se emplea, la cantidad de agente tensioactivo puede ser, por ejemplo, de hasta aproximadamente 1% o de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,5% en peso de la composición de revestimiento de gel.

25

Otro componente que puede estar presente es uno o más agentes que provocan el desprendimiento de aire. Los agentes que provocan el desprendimiento de aire pueden ayudar a curar la composición de revestimiento de gel sin atrapar el aire y, con ello, provocar una debilidad o porosidad. Agentes que provocan el desprendimiento de aire típicos incluyen materiales de silicona o no de silicona, incluidos agentes desespumantes de silicona, polímeros acrílicos, sólidos hidrófobos y ceras de parafina basadas en aceite mineral. Agentes que provocan el desprendimiento de aire comercialmente disponibles incluyen desespumantes BYK-066, BYK-077, BYK-500, BYK-501, BYK-515 y BYK-555 (de BYK-Chemie USA, Inc.). Cuando se utiliza, la cantidad de agente que provoca el desprendimiento de aire puede ser, por ejemplo, de hasta aproximadamente 1,5% en peso hasta aproximadamente 1% en peso o de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,5% en peso de la composición de revestimiento de gel.

35

Iniciadores o catalizadores pueden añadirse a la composición de revestimiento de gel en el momento de la aplicación a una superficie del molde, o pueden ser iniciadores o catalizadores latentes que pueden estar incluidos en la composición de revestimiento de gel tal como se suministra al usuario final, y se activan durante el proceso de aplicación. Iniciadores o catalizadores representativos incluyen catalizadores de radicales libres tales como catalizadores peróxido (p. ej. peróxido de benzilo, peróxido de metil-etil-cetona, hidropéroxido de cumeno y similares), catalizadores de azoalcano e iniciadores o catalizadores comercialmente disponibles tales como catalizador Luperox™ DDM9 y DHD9 (de Arkema), catalizador HIGH POINT™ 90 (de Chemtura) y catalizador CADOX™ L50a (de Akzo Nobel). Iniciadores o catalizadores activados por radiación o activados por calor, representativos, incluyen el iniciador IRGACURE™ 819 (de Ciba Specialty Chemicals) e hidroperóxido de cumeno. Cuando se utiliza, la cantidad de iniciador o catalizador puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3% en peso, de aproximadamente 1 a aproximadamente 2,5% en peso o de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 2% en peso del peso de la resina de poliéster insaturado.

45

Los revestimientos de gel de la presente invención se pueden producir combinando al menos una sílice que tiene

55

- una superficie según BET de 150 a 210 m²/g
- un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso.

5 con al menos una resina de poliéster insaturado. La sílice precipitada puede tener, además, uno o más de los siguientes parámetros físico-químicos:

- una conductividad menor que o igual a 450 µS/cm
- un tamaño medio de partículas de 0,1 a 14 µm.

10 En una realización preferida, la composición de revestimiento de gel de la invención se puede preparar, por ejemplo, mezclando la resina de poliéster insaturado con sílice precipitada adecuada y los ingredientes restantes en cualquier orden conveniente. La sílice precipitada adecuada puede ser un producto comercial, p. ej. Sipernat[®] FPS-5 de Degussa[®] Corporation, Parsippany, NJ, EE.UU, o se puede obtener ajustando el contenido en Na₂O, el contenido en sales, etc. de sílice precipitada comercial tal como Sipernat[®] 22 LS de Degussa[®] Corporation, Parsippany, NJ, EE.UU. El ajuste del contenido en sales se puede conseguir, por ejemplo, mediante una operación de lavado prolongada o una más efectiva.

15 Si se desea, algunos o la totalidad de los diluyentes reactivos se pueden añadir al completarse la mezclado para proporcionar una mezcla que tenga una viscosidad preferida (p. ej. una viscosidad de aproximadamente 2.000 a aproximadamente 10.000 centipoise, de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 8.000 centipoise o de aproximadamente 3.500 a aproximadamente 5.000 centipoise, según se mide utilizando un viscosímetro BROOKFIELD de Brookfield Engineering Laboratories y de husillo nº 4 a 25° C.). Se puede ajustar la cantidad de promotor o se pueden añadir o ajustar inhibidores para obtener una composición de revestimiento de gel que tenga un tiempo de gel y un tiempo de curado deseados. La composición de revestimiento de gel también se puede preparar mezclando un pigmento (p. ej. una dispersión de pigmentos) con una composición de revestimiento de gel transparente convencional, sin añadir tampoco una cantidad perjudicial de carga extendidora.

20 La presente invención proporciona, además, productos/artículos revestidos con los revestimientos de gel de la presente invención. El revestimiento puede ser parcial o completo. En particular, se prefieren artículos que comprendan un revestimiento de gel de la presente invención en su capa más externa que está expuesta al medio ambiente. Particularmente preferidos son cascos de embarcaciones revestidos con un revestimiento de gel de acuerdo con la invención.

25 Los productos/artículos a revestir incluyen artículos moldeados hechos de plástico o de otros materiales. En particular, los artículos moldeados revestidos, opcionalmente reforzados con fibras, se preparan típicamente esparciendo una composición de revestimiento de gel por encima de la superficie de un molde que tenga una superficie correspondiente al artículo en relieve negativo. Después del curado, la composición de revestimiento de gel se convierte en la capa más externa del artículo moldeado y quedará expuesta al medio ambiente. La composición de revestimiento de gel se esparce a través de la superficie del molde mediante una cualquiera de un cierto número de técnicas (p. ej. cepillado, extensión manual o pulverización) y habitualmente en forma de una capa relativamente gruesa, p. ej. un revestimiento en húmedo de hasta aproximadamente 0,8 mm de grosor. Después de haber aplicado la composición de revestimiento de gel a la superficie del molde, ésta se cura al menos parcialmente. Después, se puede aplicar un soporte de plástico de refuerzo, opcionalmente reforzado con fibras, por detrás de la composición de revestimiento de gel parcial o totalmente curada, utilizando una cualquiera de un cierto número de técnicas (p. ej. mediante cepillado, extensión manual o pulverización para procesos en molde abierto, o mediante colada para procesos en molde cerrado), y la estructura del estratificado resultante se cura y desmoldea. El curado se puede fomentar a través del uso de iniciadores de la polimerización en los radicales libres.

30 La capa de revestimiento de gel asegura una resistencia a las inclemencias del tiempo y al desgaste y, si el artículo moldeado está reforzado con fibras, también puede ayudar a enmascarar el modelo de refuerzo con fibras que puede aparecer a través del revestimiento de gel debido a una contracción inherente de la resina que se produce en torno a las fibras durante el curado.

35 La composición de revestimiento de gel se puede aplicar a una superficie del molde en una o más capas y al menos parcialmente curada, utilizando técnicas que resultarán familiares para los expertos en la técnica, capa por capa si se desea, incluidos los procesos en molde abierto o en molde cerrado antes mencionados. La capa o capas de la composición de revestimiento de gel pueden tener cada una, por ejemplo, un espesor en húmedo de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 0,8 mm.

5 Por detrás de la composición de revestimiento de gel se puede formar una diversidad de materiales de soporte de plástico de refuerzo utilizando técnicas que resultarán familiares para los expertos en la técnica. Materiales de soporte de plástico de refuerzo representativos incluyen plásticos reforzados con fibras (hechos, p. ej., utilizando un paño de fibras de vidrio o hilos de fibras de vidrio), materiales compuestos de fibras de carbono, composiciones de moldeo en superficie reforzadas o no reforzadas y otros plásticos reforzados o no reforzados tales como poliésteres reforzados o epóxidos reforzados. El grosor global del soporte de plástico reforzado antes del curado puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 5 mm a aproximadamente 125 mm.

10 Si se desea, entre la composición de revestimiento de gel y el soporte de plástico de refuerzo se pueden aplicar una o más capas intermedias tales como un revestimiento de barrera, una capa de revestimiento o un bloqueador de la impresión. Materiales de capas intermedias adecuados resultarán familiares para los expertos en la técnica e incluyen ésteres vinílicos, poliésteres y resinas epoxídicas. El grosor en húmedo de capas intermedias de este tipo resultará también familiar para los expertos en la técnica y puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 3 mm.

15 Ejemplos típicos para productos/artículos revestidos con los revestimientos de gel de la invención comprenden piezas o partes para botes, molinos de viento, piscinas, bañeras y duchas, artículos sanitarios, tanques, carcasas, aplicaciones resistentes a la corrosión tales como tuberías, tanques, conductos, chimeneas, paneles de construcción, barcos, p. ej. guardacostas, piezas eléctricas, componentes para aviones y electrónicos y otras piezas sometidas a la luz, el agua, los disolventes o a altas temperaturas, piezas ornamentales para automóviles y de aplicaciones, y similares. Particularmente preferidos son productos/artículos expuestos al agua. Muy particularmente 20 preferidos son productos/artículos expuestos al agua durante un tiempo muy largo, p. ej. de al menos una semana sin interrupción.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención y no han de considerarse como limitantes de su alcance.

EJEMPLOS

25 Las condiciones de reacción y los datos físico-químicos de la sílice precipitada utilizada en los revestimientos de gel de la invención se determinan por los siguientes métodos:

Determinación de la superficie según BET

30 La superficie según BET se mide siguiendo la norma ISO 9277. El proceso se utiliza para determinar la superficie específica N₂ de sílices y silicatos de acuerdo con el proceso BET. Con el método descrito en esta memoria, el valor medido se determina mediante adsorción criogénica de nitrógeno a presiones parciales bien definidas. El análisis se lleva a cabo como una determinación de múltiples puntos y muestra, en el intervalo de presiones parciales (p/p₀) de 0,05-0,2, midiendo los 5 puntos en conjunto, un comportamiento lineal.

Determinación de DBP

35 La determinación del índice de absorción de ftalato de n-dibutilo (DBP – siglas en inglés) se lleva a cabo utilizando un medidor de absorción del DBP siguiendo la norma DIN 53601. Se utiliza para evaluar la capacidad de adsorción de líquidos de ácidos silícicos y silicatos.

40 Para la determinación, un determinado número de ácidos silícicos y silicatos se introduce en la cámara de mezcladura (amasadora) del medidor de la absorción (Brabender Plastograph PL 3 S, Brabender Company, Duisburg). Bajo mezcladura constante, se añade DBP con una tasa de dosificación constante de 4 ml/min (bureta de pistón eléctrica para la alimentación constante de DBP con un mecanismo contador (ml); Methorm 665). La velocidad rotacional de las cuchillas del rotor es de 125 rpm. Al comienzo, el par medido es muy bajo, pero aumenta tremendamente al aproximarse al máximo de la capacidad de adsorción de líquidos de la muestra. Al alcanzar un par de 0,6 Nm, se desconectan mediante un contacto eléctrico el mezclador así como la alimentación de DBP. Después, el consumo de DBP en ml se lee del mecanismo contador de la bureta. El resultado se indica en g/100 g y se corrige adicionalmente por el contenido en humedad.

45
$$\text{Índice de DBP [g/100g]} = \frac{V \times D \times 100}{E} + d$$

V = Consumo de DBP en ml

D = Densidad de DBP (1,047 g/ml)

E = Peso de la muestra en g (habitualmente 12,5 g)

d = Corrección de la humedad en g/100 g

La corrección de la humedad d se determina por medio de la tabla de corrección. La pérdida por secado se determina de acuerdo con el método descrito en este documento. El resultado se indica sin el lugar del decimal referido al material secado.

5

Tabla de corrección:

$$PPS \text{ en } [\%] = \frac{(m_{sp} - m_{PPS}) \times 10}{m_{sp}}$$

Pérdida por secado [%]	,0	,2	,4	,6	,8
0	0	2	4	5	7
1	9	10	12	13	15
2	16	18	19	20	22
3	23	24	26	27	28
4	28	29	29	30	31
5	31	32	32	33	33
6	34	34	35	35	36
7	36	37	38	38	39
8	39	40	40	41	41
9	42	43	43	44	44
10	45	45	46	46	47

Determinación de la pérdida por secado (PPS)

10 Siguiendo la norma ISO 787-2 se determina la pérdida por secado en sílices y silicatos.

Un frasco de pesada con el tapón retirado se calienta en la estufa a 105°C durante al menos 1 h. Después de enfriar en el desecador y de insertar el tapón, se pesa (al menos) al 0,01 g más próximo en una balanza de precisión. 10 + 1 g de la muestra se esparcen en una capa uniforme sobre el fondo del frasco de pesada. El tapón se inserta de nuevo y el frasco de pesada lleno se pesa con una precisión de 0,01 g (m_{sp}). El frasco de pesada se abre cuidadosamente y se calienta con el tapón (retirado) en la estufa a 105 + 2°C durante 2 h. Después de ello, el frasco de pesada se cierra lentamente con el tapón y se deja enfriar en un desecador. El frasco de pesada se pesa con una precisión de 0,01 g (m_{pps}). El resultado del ensayo se da con 1 lugar decimal; valores tan bajos como 0,1% se señalan como “< 0,1”.

15

m_{sp} = peso de la muestra original [g]

20

m_{pps} = peso del residuo después de la pérdida por secado [g]

Determinación de la pérdida por ignición (PPI)

1 g de material de muestra original de sílice se pesa con precisión (m_{sp}) en un crisol de platino tarado y se calienta a 1000°C durante 2 h. Después de enfriar en un desecador en presencia de P_2O_5 , el crisol se pesó de nuevo. Se calculó el peso después de la pérdida por ignición (m_{PPI}).

- 5 La pérdida por ignición (PPI) viene dada por la ecuación:

$$PPI \text{ en } [\%] = \frac{m_{sp} - m_{PPI}}{m_{sp}} \times 100$$

m_{sp} = peso de la muestra original [g]

m_{PPI} = peso de la muestra después de la pérdida por ignición [g]

10 **Determinación de la pérdida por ignición y del contenido en SiO_2**

1 g de material de muestra original de sílice se pesa con precisión (m_{sp}) en un crisol de platino tarado y se calienta a 1000°C durante 2 h. Después de enfriar en un desecador en presencia de P_2O_5 , el crisol se pesó de nuevo. Se calculó el peso después de la pérdida por ignición (m_{GV}).

- 15 El residuo después de la ignición se humedeció con agua desionizada y se añadieron 2 ml de $HClO_4$ (al 70% p.a.) y 25 ml de HF (al 40% p. a.). La muestra se calienta lentamente hasta que se observa una fuerte formación de humo. Se añadieron otros 2 ml de HF, y la muestra se seca de nuevo. El residuo se calienta a 1000°C durante 1 h. Después de enfriar en un desecador en presencia de P_2O_5 , el residuo se pesa (m_{HF}).

El contenido en SiO_2 , viene dado por la ecuación:

$$PPI \text{ en } [\%] = \frac{m_{GV} - m_{sp}}{m_{sp}} \times 100$$

20
$$\text{Contenido en } SiO_2 = \frac{m_{GV} - m_{HF}}{m_{GV}} \times 100$$

m_{sp} = peso de la muestra original [g]

m_{GV} = peso de la muestra después de la pérdida por ignición [g]

m_{HF} = peso de la muestra después del tratamiento con HF [g]

Determinación del contenido en Na_2O

- 25 El contenido en Na_2O se mide mediante un espectrómetro de absorción atómica con llama.

- 30 3,0 g de la muestra original se pesan con precisión en una copa de platino. La muestra se humedece con agua desionizada y se añadieron 5 ml de ácido sulfúrico (1:1) y 25 ml de ácido fluorhídrico. La muestra se calienta lentamente hasta que se observa una fuerte formación de humo. En el caso de que se siga observando material orgánico residual en forma de un residuo oscuro, la muestra se trata posteriormente con H_2O_2 . El residuo se diluye luego con agua desionizada y se disuelve. La disolución se completa hasta 50 ml en una probeta.

0,2 ml de esta disolución se transfieren a un segundo tubo, al que se le han añadido 2,5 ml de disolución de CsCl ($w(Cs) = 10\%$) y se completa hasta 50 ml con agua desionizada.

Para la calibración se produjeron disoluciones adicionales con un contenido en Na de 0,1 mg/l, 0,2 mg/l y 0,3 mg/l y una disolución en blanco.

- 35 Todas las disoluciones se midieron mediante espectroscopía de absorción atómica con llama a una longitud de onda de 589 nm.

El resultado de esta medición es el contenido en Na en la disolución de medición.

El contenido en Na₂O viene dado por la ecuación:

$$\text{Contenido en Na}_2\text{O en [\%]} = \frac{c_{\text{Na}} \times V_{\text{sp}} \times D_{\text{F}} \times 1,348}{\left(W - \frac{\text{PPI}}{100} \times W\right) \times 1000} \times 100$$

c_{Na} = Contenido en Na medido en la disolución de medición [mg/l]

5 V_{sp} = Volumen [l] = 0,05

D_{F} = Factor de dilución = 250

W = Muestra pesada [g]

PPI = Pérdida por ignición [%]

1,348 = Factor estequiométrico (Na → Na₂O)

10 Determinación de la conductividad

Siguiendo la norma ISO 787-14, el método se utiliza para determinar la resistividad eléctrica de suspensiones y extractos de sílice acuosos, respectivamente.

15 Con cantidades apropiadas de la muestra y agua destilada se produce una suspensión con un contenido de 5% (m/m). Después, la temperatura de la suspensión se ajusta a 21°C en un termostato y la conductividad eléctrica se mide por medio de un conductímetro (conductímetro Metrohm 660 o LF 530, WTW) y una celda de conductividad (Methohm, modelo 6.0908.110).

20 15 g de la muestra que está siendo investigada y 285 g de agua desionizada se pesan en un vaso de precipitados aforado previamente por medio de una balanza de precisión. La suspensión en el vaso de precipitados se agita a fondo, se cubre mediante un vidrio de reloj durante 5 minutos (± 10 s) a la temperatura ambiente por medio de un agitador magnético con varilla. Aproximadamente 40 ml de la suspensión se transfieren a un vaso de precipitados de 50 ml y se dejan ajustar a $21 \pm 0,5^\circ\text{C}$ en un termostato. La temperatura de referencia 21°C también se ajusta en el conductímetro.

25 Otros 40 ml de la suspensión se añaden a un segundo vaso de precipitados de 50 ml, y la celda de conductividad se pre-aclara con la suspensión mediante inmersión repetida en esta suspensión. Después, la celda de conductividad se sumerge en una suspensión de medición ajustada a $21 \pm 0,5^\circ\text{C}$. El valor de medición leído del conductímetro se corresponde con la conductancia eléctrica de la suspensión a 21°C.

El resultado de la determinación es la conductividad eléctrica en $\mu\text{S/cm}$ de una suspensión al 5% (m/m) con referencia a una temperatura de 21°C. El resultado se redondea hasta $10 \mu\text{S/cm}$ si la conductividad es $\geq 200 \mu\text{S/cm}$. Si la conductividad es $< 200 \mu\text{S/cm}$, se redondea a $1 \mu\text{S/cm}$.

30 Determinación del tamaño medio de partículas

35 El tamaño medio de partículas se mide siguiendo la norma ISO 13320-1. El proceso de ensayo dado describe la medición de las distribuciones del tamaño de partículas de sílices y silicatos entre 0,04 y ~~2500~~ por medio de difracción láser. La aplicación de difracción láser utilizando el modelo Fraunhofer para la determinación de tamaños de partículas se basa en el fenómeno de que las partículas dispersan la luz con un modelo de intensidad diferente en todas las direcciones. La dispersión depende del tamaño de las partículas. Cuando menores sean las partículas, tanto mayores serán los ángulos de dispersión.

La muestra que está siendo investigada se ha de tamizar previamente a través de un tamiz de 500 μm antes de la medición. Esto es válido para el producto molido, respectivamente producto sin materia $> 500 \mu\text{m}$.

40 Para conectar el Coulter LS 230 (Analizador del Tamaño de Partículas Coulter, LS 230, razón social Beckman-Coulter con Módulo de Volumen Pequeño Plus – SVM y Procesador Ultrasónico Sonic Vibra Cell, modelo VC 70 T) véanse las recomendaciones del fabricante en el manual del instrumento. El ajuste del instrumento y la medición de la desviación de cero se realizan automáticamente. Si aparece la información “introducir muestra”, la muestra

tamizada previamente se añade al fluido de dispersión por medio de una espátula hasta que se alcancen las siguientes concentraciones:

Medición sin PIDS: Concentración de la medición al $10\% \pm 2\%$

5 Después de ello, la dispersión se bombea a través del módulo respectivo antes de la medición durante 1 minuto y se trata mediante ultrasonidos durante un minuto adicional hasta alcanzar las siguientes condiciones:

Comportamiento ultrasónico: 25 vatios (amplitud, aproximadamente 70%, ha de ser corregida durante el proceso si es necesario)

Cronómetro: 1 minuto

Rendimiento de la bomba: 75%

10 Luego comienza la medición de la distribución del tamaño de partículas.

El valor medio o valores adicionales de los tamaños de partículas se pueden reseñar individualmente con una coma decimal. En el caso de productos molidos, se reseñan los valores después del tratamiento con ultrasonidos (módulo SVM: después de tratamiento con ultrasonidos durante 1 min).

Determinación de la densidad compactada

15 Siguiendo la norma ISO 787-11 se utiliza el método para determinar la densidad compactada y el volumen apisonado de pigmentos y cargas.

Se utiliza un volúmetro de compactación con un contador del número de revoluciones y carrera: $(3 \pm 0,1)$ mm, que tiene una velocidad: (250 ± 15) rpm (Engelsmann, Ludwigshafen, STAV 2003). El material de ensayo que está siendo examinado se utiliza sin haber sido tamizado antes. Cantidades definidas de la muestra se pesan en un cilindro aforado y se someten a 1250 operaciones de compactación. Durante este proceso, el material de ensayo se densifica gradualmente. El resultado del método es la densidad compactada de la muestra [g/l]. La densidad compactada $D(t)$ viene dada por la ecuación

$$D(t) = \frac{1000 \cdot m}{V}$$

en donde

25 $D(t)$ densidad compactada del material de ensayo [g/l]
 V volumen después del apisonamiento [ml]
 m masa de la muestra

Ejemplo 1

30 Con el fin de comparar muestras de revestimiento de gel de poliéster insaturado curado de acuerdo con la invención con una formulación idéntica que comprende sílice precipitada estándar, se prepararon formulaciones de revestimiento de gel de poliéster insaturado azul marino tal como se describe más abajo.

Se utilizó la sílice precipitada Sipernat[®] FPS-5 suministrada por Degussa[®] GmbH para preparar una formulación de revestimiento de gel de acuerdo con la invención. Los ejemplos comparativos comprenden otros dos productos de sílice precipitada, típicamente utilizados en revestimientos de gel de poliéster insaturado: Sipernat[®] 22LS suministrado por Degussa[®] GmbH y Zeotrix[®] 265 suministrada por Huber Engineered Materials. Zeothix 265[®] representa una sílice precipitada según se reivindica y utiliza en el documento US 4.497.918 y, así, permite una comparación directa entre los revestimientos de gel de acuerdo con la invención y revestimientos de gel de acuerdo con el documento US 4.497.918. Las propiedades de la sílice precipitada utilizada se resumen en la Tabla que figura a continuación.

Tabla-1: Datos Analíticos

Ejemplo	Sílice	Tamaño de Partícula (μm)	DBP (g/100 g)	BET (m^2/g)	Densidad compactada (g/L)	SiO ₂ (% en peso)	Na ₂ O (% en peso)	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)
I-1	Sipernat® FPS-5	8,3	275	188	80	99,8	0,08	39
C-1	Sipernat® 22LS	11,6	269	159	92	99,4	0,6	654
C-2	Zeothix® 265	3,6	255	161	84	98,2	1,5	531

Para la preparación de la composición de revestimiento de gel Ashland Aropol S570 se utilizó, como resina base, una resina isoftálica de neopentilglicol (ISO NPG) UPE, fabricada por Ashland Distribution Co. & Ashland Specialty Chemicals Co., Columbus, OH, EE.UU. El polímero de poliéster se disolvió en estireno al 28% en peso, un diluyente reactivo. Al revestimiento de gel no se añadió estireno adicional alguno. Se añadieron 0,15% en peso de BYK® A555, fabricado por BYK®-Chemie GmbH, Wesel, Alemania, un agente de desaireación, y se mezcló con una varilla de vidrio antes de la dispersión de la sílice. La sílice se dispersó con una cuchilla de Cowles de 50 milímetros mediante un dispositivo Dispermat a 5000 rpm durante 10 minutos. La sílice se cargó a una concentración de 4,50% en peso. La dispersión de pigmentos se añadió a la resina después de la dispersión de la sílice y se dispersó a 3000 rpm durante 5 minutos con una cuchilla de Cowles de 50 mm. La dispersión de pigmentos utilizada era Polytrend® 850-7240 Phthalo Blue RS, fabricada por Degussa® Corporation, Pasippany, NY, EE.UU, y se cargó hasta una concentración de 10,0% en peso. El aditivo final incluido en la formulación de revestimiento de gel era el promotor de Cobalto, Catalizador de Cobalto 510 al 12%, fabricado por OMG®, Westlake, OH, EE.UU. El cobalto se dispersó mediante una cuchilla de Cowles de 50 mm a 1000 rpm durante 1,0 minuto. Después de la adición de todos los aditivos, en el revestimiento de gel resultó una concentración final de estireno de 23,8% en peso. En la Tabla 2 se proporciona una visión general de todos los ingredientes:

Tabla-2: Sumario de la formulación de revestimiento de gel utilizada para cada muestra

Material	% en peso
Resina Ashland Aropol S570	85,225 (72% de polímero, 28% de estireno)
Sílice Precipitada	4,500
Polytrend® 850 Phthalo Blue RS	10,000
Catalizador de Cobalto 510 al 12%	0,125
BYK A555	0,150
Total	100

20

Ejemplo 2

Para comparar las propiedades reológicas de la formulación de revestimiento de gel de la invención (I-1) con formulaciones de revestimiento de gel de acuerdo con el estado conocido de la técnica (C-1 y C-2), los datos reológicos para cada una de las muestras de revestimiento de gel preparadas según se describen en la Tabla 2 se midieron como sigue:

25

Se utilizaron un Pro Viscosímetro de Brookfield DV II+ y husillos RV #3 o #4, dependiendo de la viscosidad de la muestra. Las lecturas de la viscosidad se registraron a 2 y 20 rpm. El índice tixotrópico se calculó como la relación de la viscosidad a 2 rpm a la de 20 rpm. La viscosidad inicial y los valores tixotrópicos se detallan en la Tabla 3. Sipernat® FPS-5, utilizado como carga espesante en la formulación de la invención I-1, superó el comportamiento de las otras dos sílices Sipernat® 22LS y Zeothix 265® utilizadas en ejemplos C-1 y C-2 no de la invención en su capacidad espesante e índice tixotrópico. Esto es sorprendente, ya que Sipernat® 22LS y Zeothix 265® son bien conocidas en la industria como agentes tixotrópicos eficaces en revestimientos de gel de poliéster insaturado. La Tabla 3 que figura a continuación proporciona un resumen de los resultados experimentales.

30

Tabla-3: Viscosidad Inicial de las Formulaciones de Revestimiento de Gel Azul Marino

Ejemplo	Sílice	Viscosidad (cp) @ 2 rpm	Viscosidad (cp) @ 20 rpm	Índice Tixotrópico
I-1	Sipernat®FPS-5	12550	3400	3,69
C-1	Sipernat® 22LS	9900	2890	3,43
C-2	Zeothix® 265	10850	3045	3,56

Ejemplo 3

5 Para someter a ensayo la retención del color, se produjeron estratificados revestidos con gel con la formulación de revestimiento de gel que se presenta en la Tabla 2. Para ello, se utilizó Norox® MEKP-9H, un iniciador de peróxido de metil-etil-cetona (MEKP – siglas en inglés), fabricado por NORAC®, INC., Azusa, CA, EE.UU. para curar el revestimiento de gel. Al revestimiento de gel se añadió MEKP al 1,25% en peso y se agitó con la mano. El revestimiento de gel iniciado se aplicó luego sobre una placa de vidrio de 30,48 cm por 30,48 cm mediante una varilla de arrastre a un grosor de 0,6350 mm. La placa se trató con un agente de liberación Axel XTEND™ 818, fabricado por AXEL Plastic Research Laboratories, INC., Woodside, NY, EE.UU. Después de curar durante 90 minutos a la temperatura ambiente, el revestimiento de gel se reforzó con un estratificado de poliéster reforzado con fibras. Por detrás del revestimiento de gel se depositaron en capas, manualmente, cuatro capas de una esterilla de vidrio de 42,52 g saturada con Ashland M625-2, una resina de estratificado ortoftálico para fines generales. La resina de estratificado se curó con el iniciador Norox® MEKP-9 y se dejó curar a la temperatura ambiente durante 24 horas y luego se post-curó durante 4 horas a 60°C. Después del curado, cada una de las placas se cortó en cuatro trozos de 100 mm por 150 mm.

Una de dichas placas de muestra de 100 mm por 150 mm, cada una de las cuales sometida a ensayo con sílice, se mantuvo como un patrón. Las otras tres placas se utilizaron para someter a ensayo la retención del color después de la exposición al agua. Se utilizó un aparato BYK Gardner Color-View para determinar el espacio de color CIE L^* , a^* , b^* de cada una de las placas de muestra. CIE L^* , a^* , b^* es una escala de color internacional recomendada por la CIE (Commission International d'Éclairage) en 1976. L^* representa la luminosidad, a^* representa la región del rojo/verde y b^* representa la región del amarillo/azul. La CIE L^* , a^* y b^* se utilizan a menudo simplemente mediante la abreviatura informal Lab. Las placas se midieron en cuanto a su valor de color inicial, antes de ser sometidas a ensayo en cuanto a su retención de color. Se tomaron cuatro valores de color iniciales y se midieron los valores Lab medios. Una vez que sus valores de color iniciales fueron registrados, las tres placas de muestra utilizadas para someter a ensayo la retención de color tenían una tubería de poli(cloruro de vinilo) (PVC) de 12,7 centímetros fijada a la placa sobre la cara del revestimiento de gel, utilizando caucho de silicona. Se dejó que el caucho de silicona seca durante 48 horas. Después de haber secado el caucho de silicona, se añadieron a cada tubería de PVC 100 mL de agua desionizada, por lo que solamente el revestimiento de gel estaba en contacto con el agua. La zona de contacto entre el agua y el revestimiento de gel era un círculo de 50 mm de diámetro. Después, las placas de muestra se colocaron en una estufa a 65 grados Celsius. Al cabo de siete días a temperatura elevada, se extrajo una placa de muestra, para cada una de las sometidas a ensayo con sílice, para registrar el cambio de color. Al cabo de catorce días de ensayo de retención del color, las restantes placas se extrajeron y se sometieron a ensayo en cuanto al cambio de color. Para cada una de las placas de muestra se calculó el valor delta E^* después de siete y catorce días. Delta E^* es la diferencia de color total entre muestras. Delta E^* es igual a la raíz cuadrada de la suma de los valores delta L^* , delta a^* y delta b^* al cuadrado.

El valor delta E indica un desplazamiento en el color, y cuando menor sea delta E tanto menor será el desplazamiento de color, o tanto mejor podrá una muestra retener su color. Típicamente, es difícil para el ojo humano ver una diferencia de color si delta E es inferior a tres. En las Tablas 4 a 9 se detallan las coordenadas de color inicial, las coordenadas de color envejecido y el delta E. El revestimiento de gel I-1 de la invención que incluye Sipernat® FPS-5 exhibía una mejora sustancial en la retención del color frente a los ejemplos C-1 y C2 no de la invención que comprendían sílice precipitada, actualmente utilizados como compuestos tixotrópicos en poliéster no saturado. Las diferencias en delta E se resumen en la Tabla 10 para siete y catorce días, respectivamente.

Tabla-4:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel I-1 que contiene Sipernat® FPS-5 después de 7 días de exposición al agua:

Tipo de Datos	L*	b*	b*
Color Inicial	4,0177	9,2978	-21,5712
Color el Día 7	5,0657	9,9985	-22,5087

5 Valor de Delta E*: **1,5710**

Tabla-5:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel I-1 que contiene Sipernat® FPS-5 después de 14 días de exposición al agua:

Tipo de Datos	L*	a*	b*
Color Inicial	3,9547*	9,3453*	-21,4973*
Color 1 el Día 14	4,4697*	10,0436*	-23,0816*

10 Valor de Delta E*: **1,8084***

* media de dos paneles separados

Tabla-6:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel C-1 que contiene Sipernat® 22LS después de 7 días de exposición al agua:

Tipo de Datos	L*	a*	b*
Color Inicial	3,8676	9,2527	-21,6003
Color el Día 7	5,2033	10,2140	-24,3995

15 Valor de Delta E*: **3,2471**

Tabla-7:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel C-1 que contiene Sipernat® 22LS después de 14 días de exposición al agua:

Tipo de Datos	L*	a*	b*
Color Inicial	3,8917*	9,3128*	-21,4219*
Color 1 el Día 14	5,1986*	10,2524*	-24,6845*

20 Valor de Delta E*: **3,6385***

* media de dos paneles separados

Tabla-8:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel C-2 que contiene Zeothix® 265 después de 7 días de exposición al agua:

5

Tipo de Datos	L*	a*	b*
Color Inicial	3,9976	9,7336	-22,3296
Color el Día 7	5,5198	11,0182	-26,0652

Valor de Delta E*: **4,2335**

Tabla-9:

Resultados del colorímetro de la formulación de revestimiento de gel C-2 que contiene Zeothix® 265 después de 14 días de exposición al agua:

10

Tipo de Datos	L*	a*	b*
Color Inicial	4,0745*	9,7408*	-22,5727*
Color 1 el Día 14	5,5591*	11,0528*	-26,4257*

Valor de Delta E*: **4,3326**

* media de dos paneles separados

Tabla-10: Sumario de los Resultados del Colorímetro:

Ejemplo	Delta E* después de 7 días	Delta E* después de 14 días
I-1	1,5710	1,8084
C-1	3,2471	3,6385
C-2	4,2335	4,3326

15

El análisis de la retención de color de las formulaciones de revestimiento de gel I-1, C-1 y C-2, a lo largo del tiempo al ser expuestas a agua desionizada, revela diferencias significativas en su comportamiento. La Tabla 10 confirma que el revestimiento de gel de acuerdo con la invención exhibe una retención de color muy pobre al cabo de 7 días, así como después de 14 días. La pérdida de retención de color observada es menor que la mitad de la medida mediante los Ejemplos Comparativos C-1 y C-2. Esta extraordinaria mejora se consiguió utilizando una sílice precipitada de acuerdo con la presente invención. Los revestimientos de gel de la invención cumplen, así, los objetivos de la invención, incluso cuando utilicen solamente una sílice precipitada en lugar de una mezcla de sílice precipitada y sílice pirogénica. Tal como se confirma por el Ejemplo 2, las propiedades reológicas son también excelentes, por lo que ya no es necesario el uso de una sílice pirogénica además de sílice precipitada.

20

25

La anterior descripción escrita de la invención proporciona una manera y un procedimiento de producir y utilizarla, de modo que cualquier persona experta en esta técnica es capaz de producir y utilizar la misma, proporcionándose esta capacidad en particular para la materia objeto de las reivindicaciones adjuntas que constituyen una parte de la descripción original y que incluyen una composición de revestimiento de gel que comprende al menos una sílice precipitada que tiene

- una superficie según BET de 150 a 250 m²/g
- un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso.

5 Tal como se utiliza en esta memoria, las frases “seleccionado del grupo que consiste en”, “seleccionado de” y similares incluyen mezclas de los materiales especificados. Términos tales como “contiene o contienen” y similares, tal como se utilizan en esta memoria, son términos abiertos que significan “que incluyen al menos”, a menos que se señale específicamente de otro modo.

10 Todas las referencias, patentes, solicitudes, ensayos, patrones, documentos, publicaciones, folletos, textos, artículos, etc. mencionados en esta memoria se incorporan en la misma como referencia. En los casos en los que se establece un límite o intervalo numérico, se incluyen los puntos finales. También todos los valores y sub-intervalos dentro de un límite o intervalo numérico están específicamente incluidos como si estuvieran explícitamente escritos.

15 La descripción anterior se presenta para permitir a una persona experta en la técnica producir y utilizar la invención, y se proporciona en el contexto de una aplicación particular y de sus requisitos. Para los expertos en la técnica resultarán fácilmente evidentes diversas modificaciones a las realizaciones preferidas, y los principios genéricos definidos en esta memoria se pueden aplicar a otras realizaciones y aplicaciones sin apartarse del espíritu y alcance de la invención. Así, esta invención no pretende quedar limitada a las realizaciones mostradas, sino que se le ha de conceder el alcance más amplio consistente con los principios y características descritos en esta memoria. A este respecto, determinadas realizaciones dentro de la invención pueden no mostrar todo beneficio de la invención, considerado ampliamente.

20

REIVINDICACIONES

- 1.- Una composición de revestimiento de gel curada o no curada, que comprende al menos una resina de poliéster insaturado y 0,1 a 15% en peso, basado en el peso total de la composición, de al menos una sílice precipitada que tiene
- 5 - una superficie según BET de 150 a 250 m²/g
- un contenido en SiO₂ mayor que o igual a 98,5% en peso
- un contenido en Na₂O menor que o igual a 0,5% en peso.
- 2.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene una conductividad menor que o igual a 450 μS/cm.
- 10 3.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene un tamaño medio de partículas de 0,1 a 14 μm.
- 4.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene una superficie según BET de 170 a 200 m²/g.
- 15 5.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene un contenido en SiO₂ de 99,0 a 99,9% en peso.
- 6.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene un contenido en Na₂O de 0.01 a 0,5% en peso.
- 7.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene una conductividad de 1 a 150 μS/cm.
- 20 8.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la al menos una sílice precipitada tiene un tamaño medio de partícula de 2 a 8,5 μm.
- 9.- Una composición de revestimiento de gel no curada de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende al menos una resina de poliéster insaturado con un peso molecular medio ponderal de 1.300 a 110.000.
- 25 10.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende, además, al menos un pigmento inorgánico y/o al menos un pigmento orgánico.
- 11.- Una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha resina de poliéster insaturado está curada.
- 12.- Un procedimiento para preparar una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende combinar dicha al menos una sílice con al menos una resina de poliéster insaturado para formar una composición de revestimiento de gel, seguido del curado opcional de dicha composición.
- 30 13.- Un procedimiento para preparar una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende curar dicha composición.
- 14.- Un procedimiento para preparar una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 13, que comprende aplicar dicha composición de revestimiento de gel a un artículo, seguido del curado.
- 35 15.- Un procedimiento para preparar una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el artículo se selecciona del grupo que consiste en embarcaciones, molinos de viento, piscinas, bañeras, duchas, artículos sanitarios, tanques, tuberías, conductos, chimeneas, paneles de construcción, barcos, piezas eléctricas, componentes de aviones y componentes electrónicos.
- 16.- Un artículo revestido con una composición de revestimiento de gel de acuerdo con la reivindicación 1.
- 40 17.- Un artículo de acuerdo con la reivindicación 16, en donde dicha composición de revestimiento de gel está curada.

18.- Un artículo de acuerdo con la reivindicación 17, en donde dicho artículo está reforzado con fibras.

19.- Un artículo de acuerdo con la reivindicación 17, en donde el artículo se selecciona del grupo que consiste en embarcaciones, molinos de viento, piscinas, bañeras, duchas, artículos sanitarios, tanques, tuberías, conductos, chimeneas, paneles de construcción, barcos, piezas eléctricas, componentes de aviones y componentes electrónicos.

5

20.- Un artículo de acuerdo con la reivindicación 17, en donde el artículo es un casco de embarcación.