

Señor
DIRECTOR DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
E. S. D.

REF: Expediente No. **NC2020/0007626**, solicitud de patente de invención a favor de **NOF METAL COATINGS EUROPE**, Título: **COMPOSICIONES DESHIDRATADAS DE RECUBRIMIENTO EN FORMA SÓLIDA, MÉTODO DE PRODUCCIÓN DE LAS MISMAS Y MÉTODO PARA REHIDRATARLAS**

RESPUESTA A EXAMEN DE FONDO

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO, portador de la tarjeta profesional No. 57.492 del C.S.J., obrando como apoderado de la sociedad solicitante me permito dar respuesta al Oficio No. 4618 relacionado con la patentabilidad de la presente invención y notificado el 16 de marzo de 2023.

En respuesta a las observaciones realizadas como resultado del examen de fondo, es pertinente mencionar que las reivindicaciones cumplen a cabalidad con los requerimientos de patentabilidad establecidos en la Decisión 486 de 2000, razón por la que respetuosamente disiento de los comentarios del Examinador a este respecto. A continuación, sin embargo, se presentan argumentos y se mencionan las modificaciones realizadas para atender a cada uno de los requerimientos del Examinador:

1. Capítulo Reivindicatorio

Me permito dirigir la atención del Señor Examinador en el hecho que el Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial ha sido modificado de la siguiente manera:

- La reivindicación 1 ha sido modificada para eliminar la referencia a "y/o un precursor de zirconato" y para establecer que la relación molar Ti/Si oscila de 20/80 a 60/40, y ahora especifica que la composición sólida está en forma de polvo, con un tamaño de partícula entre aproximadamente 2 μ m a aproximadamente 3 mm, obteniéndose dicha composición sólida por deshidratación de una composición acuosa en la que se encuentran dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos y realizándose dicha deshidratación mediante liofilización, zeodración, evaporación al vacío o secado por aspersión. Lo anterior presenta sustento en las reivindicaciones 3, 11 y 16 originalmente presentadas.
- La reivindicación 2 ha sido modificada para eliminar la referencia a "10/90 a 60/40", "de manera ventajosa", "de manera más ventajosa de 25/75 a 50/50".
- Las reivindicaciones 3, 4, 11, 14, 16 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Por lo tanto, la dependencia y numeración de las reivindicaciones ha sido modificada.
- La reivindicación 5 (nueva reivindicación 3 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a "*un titanato orgánico*", "*de manera ventajosa*", "*y el precursor de zirconato es un zirconato orgánico seleccionado de manera ventajosa de tetraalquil zirconatos de C₁-C₈*".

- La reivindicación 7 (nueva reivindicación 5 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a silanos concretos como beta-(3,4-epoxyciclohexil)etil-trimetoxisilano, 4-(trimetoxisilil)butan-1,2-epóxido, gamma-glicidoxipropiltrimetoxisilano, gamma-glicidoxipropiltriethoxisilano, octiltriethoxisilano, feniltriethoxisilano, metiltriethoxisilano, (2-dietilfosfatoetil) triethoxi silano, viniltriethoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, metil metacrilato trimetoxisilano, metil metacrilato triethoxisilano y mezclas de los mismos.
- La reivindicación 10 (nueva reivindicación 8 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“ventajosamente un alcóxido de silicio, en particular tetraetil ortosilicato”*.
- La reivindicación 12 (nueva reivindicación 9 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar *“de manera ventajosa por lo menos 25% en peso de agua, de manera más ventajosa por lo menos 30% en peso de agua”*.
- La reivindicación 13 (nueva reivindicación 10 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para modificar la dependencia con respecto a las reivindicaciones anteriores.
- La reivindicación 15 (nueva reivindicación 11 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“precursor de” “y/o zirconato”* y la dependencia de la misma.
- La reivindicación 17 (nueva reivindicación 12 debido a la nueva numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“y/o zirconato”* y la dependencia de la misma.

Así las cosas, es importante mencionar que las modificaciones realizadas a las reivindicaciones cumplen en su totalidad con los requisitos establecidos en el Artículo 34 de la Decisión 486, teniendo en cuenta que estas **no involucran una ampliación a la protección correspondiente a la divulgación tal y como se presentó originalmente**. Por el contrario, el Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial cumple con los lineamientos establecidos por la Decisión Andina 486.

2. Claridad del Capítulo Reivindicatorio

i) El Examinador menciona que el capítulo reivindicatorio no se encuentra debidamente soportado en la descripción puesto que en las realizaciones preferidas hace referencia a las composiciones mencionadas en la tabla 1, lo cual no evidencia la acción de todas las composiciones reclamadas, sino que se hace una generalización de manera especulativa. Se sugiere restringir la solicitud a una razonable cantidad de acuerdo con las composiciones que se encuentran debidamente soportadas en el capítulo descriptivo. El solicitante debe definir específicamente la materia y el alcance de la invención a través de las características técnicas esenciales que se encuentren enteramente soportadas en la descripción.

En primer lugar, me permito resaltar que el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado con el propósito de especificar aún más la composición sólida rehidratable en agua destinada para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal que se basa en metal en partículas en dispersión acuosa y los elementos presentes en la misma, así como sus proporciones.

Sin embargo, es pertinente mencionar que la información dispuesta por el Examinador en su tabla 1 corresponde a materia consignada en los ejemplos de la solicitud y los ejemplos de una solicitud de patente **son ilustrativos, más no restrictivos**, por lo que se utilizan para explicar, ilustrar o aclarar la invención. Así, resultaría en una limitación injusta, restringir la materia de las reivindicaciones exclusivamente a los ejemplos de la solicitud, ya que, si bien los mismos son incluidos dentro de la solicitud, estos no limitan al Solicitante de la invención a restringir el alcance del concepto inventivo al que los Inventores de la invención tienen derecho a reclamar. Por lo tanto, respetuosamente solicito a ese Despacho, las modificaciones aquí realizadas, sean tenidas en cuenta y evaluadas.

ii) El Examinador establece que las reivindicaciones 1, 2, 5, 7, 10 - 12, 14, emplean las expresiones: "y/o", "de manera ventajosa", "de manera más ventajosa", "en especial", "en particular tal como", "ventajosamente", "en particular", "opcionalmente", que precediendo una característica no son limitativas, porque hacen opcional la característica y no limitan el alcance de la reivindicación. Se sugiere incluir las características opcionales o preferentes en una reivindicación dependiente. Adicionalmente, se establece que las reivindicaciones 3 y 12 emplean los términos "aproximadamente", "por lo menos", que son imprecisos, por lo cual, no permiten distinguir la invención del estado de la técnica. Se sugiere sustituirlos por un término preciso o un rango concreto.

Con referencia a las expresiones objetadas, me permito manifestar que las mismas han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Por lo tanto, atentamente solicito retirar las objeciones al respecto.

No obstante, en cuanto a los términos "*opcionalmente*", "*aproximadamente*", "*por lo menos*", me permito señalar que, si bien dichos términos han sido eliminados en su mayoría, estos de ninguna manera pueden restarle claridad a la presente solicitud, ya que dichos términos, al ser tomados en conjunto con los elementos de la composición y junto el contexto de la invención, resultan la mejor manera de describir la invención y no puede ser considerados como términos aislados. Además, para el término "*opcionalmente*", es claro que éste denota que el elemento que lo precede puede ser optativamente incluido dentro de la composición y/o proceso reivindicado, lo cual es totalmente entendible para cualquier persona versada en la materia. Adicionalmente, es importante resaltar que dichos términos son comúnmente usados en el ámbito de patentes, por lo que un experto en la materia comprendería con facilidad el alcance de los mismos. Así las cosas, respetuosamente solicito retirar las objeciones al respecto.

iii) El Examinador asegura que la reivindicación 1 no menciona las proporciones de los componentes de la composición. Por lo tanto, se requiere al solicitante que defina las proporciones, de acuerdo con el soporte presente en la descripción.

En respuesta a lo anterior, me permito manifestar que la reivindicación 1 ha sido modificada para especificar por elementos de la composición: metal de partículas, un precursor de titanato y un silano, en donde por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si que oscila de 20/80 a 60/40. Además dentro de las características adicionadas a esta composición, ahora se especifica que está en forma de polvo, con un tamaño de partícula entre aproximadamente 2 µm a aproximadamente 3 mm, obteniéndose dicha composición sólida por deshidratación de una composición acuosa en la que se encuentran dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos y realizándose dicha deshidratación mediante liofilización, zeodración, evaporación al vacío o secado por aspersión.

Adicionalmente, las reivindicaciones dependientes divulgan información aún más precisa de los elementos allí mencionados, por ejemplo, la nueva reivindicación 3 establece que el precursor de titanato es seleccionado de tetraalquil titanatos de C₁-C₈, la nueva reivindicación 5 menciona que el silano se selecciona de di- o trimetoxisilano epoxi-funcional y di- o trietoxisilano epoxi-funcional, así como también mezclas de los mismos, y de la misma forma aplica para las reivindicaciones dependientes adicionales.

En este sentido, es más que claro que una reivindicación independiente si bien enuncia las características esenciales de la invención, es ilógico no tener en cuenta la materia consignada en sus reivindicaciones dependientes, limitándose exclusivamente a que la reivindicación independiente se restrinja a una única opción de elementos concretos tal y como el Examinador lo espera. Lo anterior, correspondería a una limitación drástica de la materia a la que los inventores tienen derecho a reclamar.

Así las cosas, me permito llamar la atención de ese Despacho en lo anteriormente mencionado, y a evaluar el alcance ahora reclamado, reconociendo los elementos y características concretas de la composición reclamada.

iv) El Examinador establece que las reivindicaciones 1, 15 y 17 no son concisas, ya que los términos: “precursor de titanato”, “precursor de zirconato”, “silano”, “función hidrolizable a una función hidroxilo”, “metal en partículas o una mezcla de metales en partículas”, incluyen una cantidad indeterminada de posibles compuestos que no están comprendidos dentro del objeto de la solicitud, y que, dada la complejidad, no se permite determinar de forma precisa el alcance de lo que se quiere proteger.

A este respecto, me permito llamar la atención de ese Despacho en el hecho que el Examinador realiza un incorrecto análisis del alcance de la solicitud. Explícitamente los términos reclamados encuentran sustento dentro del Capítulo Descriptivo de la solicitud por lo que de ninguna forma incluyen una cantidad indeterminada de posibles compuestos que no se encuentran en el objeto de la solicitud.

De forma ilustrativa, por ejemplo, en la página 1 de la descripción de esta solicitud se definen las siguientes expresiones:

- “precursor de titanato” significa un compuesto que comprende por lo menos un átomo de titanio y es capaz de formar enlaces covalentes entre ellos o con los otros precursores, incluyendo precursores de silicio silano y silicato, para formar un aglutinante.
- “precursor de zirconato” significa un compuesto que comprende por lo menos un átomo de zirconio y es capaz de formar enlaces covalentes entre ellos o con los otros precursores, incluyendo los precursores de silicio silano y silicato, para formar un aglutinante.
- “silano” significa un compuesto orgánico que comprende por lo menos un átomo de Si con por lo menos un enlace de Si-C. En un silano, los enlaces al átomo de silicio, además del enlace de Si-C, son generalmente enlaces de Si-O, Si-Si o Si-H, de manera más ventajosa Si-O.

Además, en la página 6 se establece que *“el metal en partículas de la composición de recubrimiento puede seleccionarse del grupo que consiste en pigmentos metálicos tales como aluminio, manganeso, níquel, titanio, acero inoxidable, zinc, sus aleaciones y mezclas de los mismos. El metal en partículas se selecciona de manera ventajosa de zinc y aluminio y sus aleaciones y sus mezclas o sus aleaciones con manganeso, magnesio, estaño o Galfan. El metal en partículas presente en la composición está ventajosamente en forma de polvo, de varias estructuras geométricas homogéneas o heterogéneas, incluyendo formas esféricas, laminares, lenticulares u otras formas específicas”* y de igual forma ocurre para la expresión *“función hidrolizable a una función hidroxilo”*.

Así las cosas, es más que claro que el Capítulo Descriptivo de la solicitud no sólo comprende definiciones acerca de estos elementos, sino que además especifica de forma concreta características y ejemplos de los mismos. Por lo tanto, cualquier persona versada en la materia entendería el alcance de estos elementos permitiendo elucidar aquellos convenientes y que cumplan con las características definidas para así obtener de forma eficaz la composición reclamada. De igual forma, me permito traer a colación las enseñanzas de la Guía para el examen de patentes de invención y modelo de utilidad de la Superintendencia de Industria y Comercio, en el numeral 2.6.5.1., frente a los términos utilizados en las reivindicaciones:

“el significado y alcance de las palabras de las reivindicaciones debe ser el que normalmente se les da en el área técnica de la solicitud, y tiene que ser claro para la persona de oficio versada en la materia”

En este sentido, es claro que el señor Examinador debe tener en cuenta que las reivindicaciones se redactan **para un experto en la materia acostumbrado a trabajar en el campo técnico** y que, por lo tanto, conoce perfectamente el significado de los términos que se utilizan en su campo. Por lo tanto, me permito muy amablemente señalar que las objeciones frente a términos claramente entendibles no tienen sentido, principalmente si se toman en cuenta las enseñanzas de la descripción.

En este sentido, me permito manifestar entonces a ese Despacho que resultaría una restricción injusta delimitar dichos tipos de términos a una única manera de realización, toda vez que, modificando la naturaleza de los mismos, un tercero podría aprovechar impunemente el desarrollo realizado por el solicitante. En conclusión, todos los términos incluidos en el Capítulo Reivindicatorio presentado junto al presente memorial son claros. En consecuencia, se solicita muy amablemente se retire la objeción del señor Examinador a este respecto.

Además, respetuosamente solicito a ese Despacho, considerar las enseñanzas de la descripción y más aún las modificaciones aquí hechas.

v) El Examinador menciona que las reivindicaciones 11 - 13 no son claras porque mencionan una composición, pero esta no se define mediante sus componentes y proporciones, sino que se caracteriza por su proceso de obtención. Al respecto no debe olvidarse que las reivindicaciones de producto y de procedimiento son diferentes y, por ello, deben redactarse de manera independiente en el pliego reivindicatorio. Las reivindicaciones de producto deben caracterizar un producto por la forma o constitución de este y las partes que lo componen. En cambio, las reivindicaciones de procedimiento se deben caracterizar por la secuencia de etapas técnicas que llevan a la transformación de una materia prima para la obtención de una cosa o resultado. Se sugiere hacer la corrección necesaria.

Con referencia a estas reivindicaciones, en primer lugar, me permito manifestar que la reivindicación 11 ha sido eliminada del Capítulo Reivindicatorio modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Ahora bien, con respecto a las reivindicaciones 12 y 13 (nuevas reivindicaciones 9 y 10) me permito resaltar que, si bien estas reivindicaciones se refieren a la composición sólida de conformidad con las reivindicaciones anteriores, éstas incluyen características funcionales que permiten al Examinador obtener mayor información acerca del producto reclamado y su forma de obtención. En este particular caso, estas reivindicaciones establecen que la composición sólida se obtiene por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende por lo menos 15% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de agua y que comprende además un solvente orgánico, un líquido iónico o mezclas de los mismos. Además, de conformidad con el numeral 2.6.5.10 de la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad, me permito manifestar que este tipo de reivindicaciones son admisibles, cuando los productos, en este caso la composición es nueva e inventiva tal y como acá ocurre.

Así las cosas, respetuosamente solicito a ese Despacho aceptar las modificaciones realizadas y retirar las objeciones al respecto.

vi) El Examinador establece que las reivindicaciones 15 y 17 no son claras ya que son reivindicaciones independientes a pesar de que hagan referencia a otras reivindicaciones, por lo tanto, deben incluir las características técnicas esenciales de la invención, incorporando las características de las reivindicaciones de producto, para que exista coherencia en el capítulo reivindicatorio.

Con relación a lo anterior, en primer lugar, me permito manifestar que no es clara la objeción del Examinador, ya que primero señala que las reivindicaciones no son claras puesto que son independientes y después menciona que 'a pesar de que hagan referencia a otras reivindicaciones'. En este punto me permito resaltar que ambas reivindicaciones (nuevas reivindicaciones 11 y 12 debido al cambio de numeración) se dirigen a un proceso para preparar una composición sólida y **dependen** de las reivindicaciones anteriores que definen dicha composición sólida. Particularmente, el proceso está definido mediante la etapa de "de deshidratación de una composición acuosa" (nueva

reivindicación 11) y de “hidratar una composición sólida” (nueva reivindicación 12), por lo que dicho proceso si bien es admisible, define sus etapas y las relaciona con los elementos de la composición *per se*. Así las cosas, es más que claro que estas reivindicaciones comprenden características esenciales que permiten a cualquier persona versada en la materia no sólo comprender el alcance de la invención, sino también precisar características y elementos esenciales para la comprensión total de la misma. Por lo tanto, solicito a ese Despacho retirar las objeciones al respecto.

vii) El Examinador menciona que las reivindicaciones 1, 15 y 17 reclaman “un precursor de titanato y/o un precursor de zirconato”, por lo que se entiende que la composición puede comprender solo zirconato; sin embargo, se reclama una relación molar de Ti/Si y no de Zr/Si o Ti+Zr/Si. De igual forma, se reitera que, de acuerdo con los ejemplos mostrados en la presente solicitud, el titanato es un componente fundamental y no opcional. Se sugiere hacer la corrección necesaria, así como mejorar la redacción de la reivindicación, tanto en la parte caracterizante como del preámbulo.

Con referencia a lo anterior, me permito manifestar que la referencia a “y/o un precursor de zirconato” ha sido eliminada del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Así las cosas, es más que evidente que la composición y proceso ahora reclamados, solo se dirigen a mencionar el precursor de titanato, el cual, tal y como el Examinador lo manifiesta es fundamental y no opcional. Así las cosas, me permito señalar que las objeciones al respecto han sido superadas.

viii) Así las cosas, y considerando las sugerencias del Examinador y el hecho que la materia reclamada en el Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial cumple con las disposiciones del Artículo 30 de la Decisión 486, y corresponden a una limitación razonable del concepto inventivo desarrollado por el inventor, de manera atenta solicito a ese Despacho aceptar el nuevo pliego de Reivindicaciones y el retiro de las objeciones en cuanto a la claridad de la materia reclamada.

3. Descripción

i) El Examinador establece que la descripción no divulga la invención de manera suficientemente clara y completa, para que una persona capacitada en la materia pueda ejecutarla, incumpliendo de esta forma lo establecido en el artículo 28 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina y no presenta evidencia de composiciones sólidas hidratables con agua con todas las múltiples alternativas que menciona en las reivindicaciones. Adicionalmente, establece que emplea unidades mbar, mmHg (Pág. 9, 11, 15 - 21). Se sugiere hacer la conversión de unidades al Sistema Internacional (Pa).

En respuesta a lo anterior, en primer lugar, me permito manifestar que adjunto al presente memorial de respuesta se adjunta nuevamente la memoria descriptiva de la solicitud, en donde se han corregido las unidades de presión a Pascales (Pa), y por lo tanto la objeción al respecto ha sido superada.

Por otro lado, en cuanto al sustento de las composiciones divulgado por la descripción, me permito manifestar que cada una de las reivindicaciones contiene la solución técnica que se desea proteger, por lo que la persona del oficio normalmente versada en la materia podría llevarla a cabo directamente, o por generalización del contenido divulgado en la descripción. En este sentido, es más que evidente que la descripción de la presente solicitud es clara y comprende información suficiente que permite no sólo la comprensión del problema técnico planteado, sino la solución aportada por la invención, en donde se exponen diferencias y eventuales ventajas con respecto a la tecnología anterior. En este sentido, solicito que las objeciones a este respecto sean retiradas ya que la descripción de esta solicitud divulga de forma suficiente la materia que se encuentra reclamada en el Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial de respuesta.

4. Novedad

i) Ahora bien, el Señor Examinador asegura que las reivindicaciones 1, 2, 4-14, 15 y 17 no cumplen con el requisito de novedad en vista de las enseñanzas del documento D1.

ii) En primer lugar, me permito llamar la atención a ese Despacho en el hecho que el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado para cumplir con todos los lineamientos dispuestos por la Decisión 486. Asimismo, la materia que se encuentra en el Capítulo Reivindicatorio adjunto a este memorial de respuesta se caracteriza porque es novedosa y las características la composición y proceso de preparación de la misma de ninguna manera son comparables con las encontradas en el documento D1.

Adicionalmente, es importante resaltar que la reivindicación 1 ha sido modificada para incluir la materia de las reivindicaciones 3 y 16 originalmente presentadas y que no fueron objetadas por novedad, por lo que la reivindicación 1 ahora se dirige a:

1. Una composición sólida rehidratable en agua destinada para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal que se basa en metal en partículas en dispersión acuosa, dicha composición sólida se basa en un metal en partículas o una mezcla de metales en partículas, un precursor de titanato y un silano que tiene por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si que oscila de 20/80 a 60/40, donde la composición sólida está en forma de polvo, con un tamaño de partícula entre aproximadamente 2 μm a aproximadamente 3 mm, obteniéndose dicha composición sólida por deshidratación de una composición acuosa en la que se han introducido dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos y realizándose dicha deshidratación mediante liofilización, zeodración, evaporación al vacío o secado por aspersión.

En este sentido, y al considerar que nada en D1 sugiere características como que la composición sólida este en forma de polvo con un tamaño de partícula como el definido o que es obtenida mediante deshidratación, es evidente que la invención aquí reclamada es totalmente novedosa frente a las enseñanzas de D1. Ahora bien, con referencia a las reivindicaciones dependientes, inicialmente me permito resaltar que las reivindicaciones 4, 11, 14 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto a esta respuesta. Por otro lado, y con respecto a las reivindicaciones adicionales objetadas, me permito manifestar que estas corresponden a reivindicaciones dependientes de la reivindicación 1 y por lo tanto, además de hacer referencia a esta, y adicionan características que limitan el objeto a proteger, por ello, si la reivindicación independiente es nueva sus reivindicaciones dependientes también lo son.

Así las cosas, en el contexto de las patentes es claro que para que un documento afecte la novedad de una solicitud, éste debe revelar, de manera explícita y específica, todas y cada una de las características de la invención interactuando de la misma manera que lo hacen en la solicitud.

En este sentido, es absolutamente evidente que la composición y proceso reclamados son totalmente novedosos frente a las enseñanzas del documento citado, ya que dicha anterioridad **de ninguna forma divulga exactamente la misma materia con las mismas características**. Por lo anterior, atentamente me permito manifestar ante ese Despacho que la materia del Capítulo Reivindicatorio Modificado presenta un carácter novedoso irrefutable frente a las enseñanzas de los documentos del arte citados, cumpliendo por lo tanto a cabalidad con los requisitos de patentabilidad establecidos en el artículo 16 de la Decisión 486 de 2000.

5. Nivel Inventivo

i) Con respecto al nivel inventivo de la presente solicitud, de manera atenta me permito manifestar que contrario a los señalamientos establecidos por el Examinador, la presente solicitud, tal y como se encuentra reclamada en el Capítulo Reivindicatorio adjunto a este memorial goza de nivel inventivo y difiere en diferentes aspectos de los documentos del arte anterior citados en el Oficio Técnico No. 4618.

ii) En primer lugar, en cuanto a las objeciones hacia las reivindicaciones 3 y 16, me permito manifestar que estas reivindicaciones han sido eliminadas del pliego reivindicatorio modificado y adjunto a este Memorial de respuesta. Por lo tanto, las objeciones al respecto han sido superadas.

No obstante, sin perjuicio de lo anterior, de todas formas, a continuación, me permito presentar argumentos en cuanto a los documentos del arte anterior citados:

- En primer lugar, es pertinente resaltar que la presente invención se refiere a una composición sólida rehidratable en agua para la producción de una composición acuosa (final/recubrimiento) que permite proteger piezas metálicas de la corrosión. Esta composición es ventajosamente estable y permite reducir los volúmenes de almacenamiento.

En sí, la composición sólida rehidratable en agua se obtiene por deshidratación de una composición acuosa (inicial/deshidratable) también descrita en la presente solicitud. Más particularmente, dentro de la descripción de esta solicitud se señala que *“la composición sólida era posteriormente más fácilmente rehidratable cuando la composición acuosa inicial también incluía un solvente orgánico pesado, un líquido iónico o mezclas de los mismos... por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende de 0,5 a 15 % ventajosamente de 0,5 a 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos.”* Estos rangos bajos de *“disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos”* permiten obtener composiciones rehidrables. (Estas características se han introducido en la reivindicación 1).

Además, como puede verse en la presente solicitud, no todas las composiciones acuosas se pueden transferir a una composición sólida rehidratable con agua, por ejemplo, en la página 9 de la descripción de esta solicitud se establece que *“De manera sorprendente, se encontró que una composición sólida basada en un precursor de silicio y un precursor de titanato y/o zirconio podría rehidratarse fácilmente, mientras que una composición sólida basada solo en un precursor de silicio no podría rehidratarse.”* Por lo que, la composición según la presente invención que tiene una relación Ti/Si precisa (dentro del intervalo de 20/80 a 60/40) puede transferirse a una composición sólida hidratable con agua. (Ejemplos según la presente invención frente al ejemplo comparativo 1 (que comprende únicamente Si)).

- En este orden de ideas, los documentos citados por el Examinador de ninguna forma podrían guiar a una persona versada en la materia para obtener la misma invención aquí definida, ya que, por ejemplo, el documento D1 se refiere a composiciones de revestimiento anticorrosión a base de partículas metálicas en dispersión acuosa que comprenden un titanato o circonato orgánico compatible en fase acuosa o en fase orgánica, opcionalmente un ligante a base de silano, y agua. [párrafo 0002 de D1]

D1 también se refiere a la capa de recubrimiento obtenida por aplicación de la composición acuosa a un sustrato, [párrafo 0025], sometiendo entonces la capa de recubrimiento a una operación de horneado, preferiblemente a una temperatura de entre 180°C y 350°C, [párrafo 0005] - [párrafo 0007]. Este recubrimiento es en forma sólida, y presenta una resistencia a los golpes que es ventajosa para los recubrimientos anticorrosivos [párrafo 0025]. Pero en vista de los objetivos/ usos de este recubrimiento: sustratos de recubrimiento anticorrosión, adhesivos (párrafos [0075]-[0076]), **este recubrimiento obviamente no es rehidratable con agua.**

Lo anterior se confirma con los resultados de resistencia a la corrosión presentados en los ejemplos de D1. Según este ensayo, el revestimiento se expone a una niebla de una solución salina al 5%, **se lava con agua** y se seca. Dichos resultados muestran que los recubrimientos según D1 siguen siendo resistentes a la corrosión después de este tratamiento. Por lo tanto, los revestimientos según D1 no son rehidratable con agua.

Además, es relevante observar que las composiciones acuosas ejemplificadas en D1 contienen más del 15 % de dipropilenglicol y **por consiguiente no pueden dar lugar a composiciones sólidas rehidrables contrarias a las de la presente invención.**

Adicionalmente, es pertinente mencionar que la composición del ejemplo 10 de D1 no corresponde a las composiciones según la presente invención en donde la relación molar Ti/Si no está en el intervalo de 20/80 a 60/40. Así las cosas, en primer lugar, un experto en la técnica que tenga la intención de preparar **composiciones rehidrables sólidas** no se habría visto obligado a buscar una solución en D1 que no trate de **composiciones rehidrables**. Entonces, dicho experto en la materia que pretenda preparar **composiciones sólidas rehidrables** no habría deducido de D1 que tales **composiciones sólidas hidrables puedan obtenerse por deshidratación de una composición acuosa que comprende una relación molar específica Ti/Si en el rango de 20/80 a 60 /40 y del 0,5 al 11 % en peso, con respecto al peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos.**

Cabe señalar que dicho paso de deshidratación no corresponde a un paso de horneado a alta temperatura como el realizado en D1. Además, las composiciones acuosas ejemplificadas por D1 comprenden más del 15 % de dipropilenglicol (DPG), en donde el DPG tiene una temperatura de ebullición de 230,5°C (superior a la T° del agua). En consecuencia, si la composición comprende una cantidad demasiado elevada de DPG, el producto obtenido tras la deshidratación **no será un polvo sino una pasta.**

Ahora, disminuir la cantidad de DPG en las composiciones no era una característica obvia porque esto también conllevaría a la reducción de las afinidades entre los otros ingredientes de estas composiciones (metales, precursores inorgánicos, aditivos orgánicos...)

En este sentido, me permito resaltar que los inventores de esta solicitud tienen éxito en la obtención de composiciones sólidas rehidrables en agua estables eligiendo una cantidad apropiada no obvia (0,5 a 11% en peso) de disolvente orgánico pesado, un líquido iónico o mezclas de estos. Esta solución no puede deducirse obviamente del estado de la técnica, tal y como el Examinador pretende hacerlo.

Ahora bien, con referencia a D2, me permito manifestar que este documento se refiere a una composición acuosa a base de silano y sol de sílice. Si bien el Examinador cita a D2 porque se menciona un diámetro medio de 40-200nm, el párrafo de D2 en donde se realiza esta mención está dirigido a "líquidos ligeramente turbios a opalescentes" y no a una composición sólida. Además, **D2 no sugiere una composición sólida rehidratable en agua.**

Por lo anterior, D2 no subsana las deficiencias de D1, y en particular D2 no enseña o tan siquiera sugiere introducir del 0,5 al 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado/líquido iónico con la esperanza de obtener una composición sólida rehidratable en agua.

Por lo tanto, un experto en la materia no podría sentirse motivado a realizar tantos cambios a partir de estos documentos, cuando los mismos no son guía esencial para poder obtener una composición y proceso como los aquí reivindicados.

Así, como se resalta en el Artículo 18 de la Decisión 486, las invenciones deberían considerarse como inventivas cuando la materia reclamada no puede ser derivada del arte previo.

Adicionalmente, la presente invención es inventiva a la luz de los documentos citados, pues siguiendo las enseñanzas de los documentos citados, la persona medianamente versada en la materia no obtendría la invención con las etapas y características descritas en el Capítulo Reivindicatorio aquí adjunto, ni mucho menos podría esperar que ésta presentase las propiedades que en efecto reviste.

Además, incluso al considerar D1 y D2 como documentos adicionales, el experto en la materia aún requeriría esfuerzos inventivos para llegar al objeto de la presente invención. Por lo tanto, un experto en la materia tras la lectura de todos los documentos citados, de igual forma requeriría esfuerzos inventivos y creatividad para llegar al objeto de la presente invención.

Por lo tanto, me permito manifestar que el objeto del Capítulo Reivindicatorio adjunto al presente memorial de respuesta, no solo es nuevo, sino que también implica actividad inventiva. Así las cosas, y en vista de lo anteriormente expuesto, respetuosamente solicito el retiro de las objeciones de la presente solicitud y la concesión del privilegio solicitado, ya que en opinión del solicitante cumple con todos los requisitos establecidos en la Decisión 486.

Anexos

- Capítulo Reivindicatorio Modificado
- Capítulo Descriptivo Modificado
- Tasa Oficial

Atentamente,

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO

T.P. No. 57.492 del C.S.J.
C.C. 80.410.337 de Usaquén
Calle 70 A No. 4 – 41

REIVINDICACIONES

1. Una composición sólida rehidratable en agua destinada para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal que se basa en metal en partículas en dispersión acuosa, dicha composición sólida se basa en un metal en partículas o una mezcla de metales en partículas, un precursor de titanato y un silano que tiene por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si que oscila de 20/80 a 60/40, donde la composición sólida está en forma de polvo, con un tamaño de partícula entre aproximadamente 2 μm a aproximadamente 3 mm, obteniéndose dicha composición sólida por deshidratación de una composición acuosa en la que se ha introducido dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 11 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos y realizándose dicha deshidratación mediante liofilización, zeodración, evaporación al vacío o secado por aspersión.
2. La composición sólida de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la relación molar Ti/Si varía de 20/80 a 50/50.
3. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el precursor de titanato es seleccionado de tetraalquil titanatos de $\text{C}_1\text{-C}_8$.
4. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el silano porta adicionalmente una función epoxi.
5. La composición sólida de conformidad con la reivindicación anterior, caracterizada además porque el silano se selecciona de di- o trimetoxisilano epoxi-funcional y di- o trietoxisilano epoxi-funcional, así como también mezclas de los mismos.
6. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el contenido de metal en partículas oscila del 20 al 70% en peso, con base en el peso total de la composición sólida.
7. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el metal en partículas se selecciona de zinc y aluminio y sus aleaciones y sus mezclas o aleaciones de los mismos con manganeso, magnesio o estaño.

8. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque se basa adicionalmente en un silicato.

9. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque se obtiene por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende por lo menos 15% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de agua.

10. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque se obtiene por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende además un solvente orgánico, un líquido iónico o mezclas de los mismos.

11. Un proceso para preparar una composición sólida de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende un paso de deshidratación de una composición acuosa que comprende dicho metal en partículas, dicho titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, como se define en cualquiera de las reivindicaciones 9 o 10.

12. Un proceso para preparar una composición acuosa que comprende por lo menos un metal en partículas, un aglutinante basado en silano y titanato, que comprende un paso de hidratar una composición sólida de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 o que se obtiene por el proceso de la reivindicación 11.

**COMPOSICIONES DESHIDRATADAS DE RECUBRIMIENTO EN FORMA SÓLIDA, MÉTODO
DE PRODUCCIÓN DE LAS MISMAS Y MÉTODO PARA REHIDRATARLAS**

La invención se refiere a composiciones deshidratadas de recubrimiento en forma
5 sólida, un proceso para obtener las mismas y su rehidratación para la preparación de una composición
acuosa de recubrimiento, en particular para proteger las partes de metal de la corrosión.

Se conocen las composiciones de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal a
base de metal en partículas en dispersión acuosa que comprenden un aglutinante a base de titanato-
y/o zirconato y a base de silano, y agua (WO2005/078026).

10 La invención ahora proporciona composiciones deshidratadas de recubrimiento que,
en particular, reducen el volumen de almacenamiento e incrementan la vida de las composiciones de
recubrimiento.

La invención tiene como su primer objeto una composición sólida hidratable en agua
destinada para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de
15 metal que se basa en metal en partículas en dispersión acuosa, dicha composición sólida se basa en
un metal en partículas o una mezcla de metales en partículas, un precursor de titanato y/o un precursor
de zirconato y un silano que tiene por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con
una relación molar Ti/Si que oscila de 10/90 a 60/40.

El titanato, zirconato, silano, y opcionalmente un silicato, juntos forman un
20 aglutinante.

De manera sorprendente, se ha encontrado que una de las condiciones esenciales
para la rehidratación de la composición sólida es que se base en un precursor de titanato de Ti y/o un
precursor de zirconato de Zr. De manera ventajosa, la composición sólida se basa en un precursor de
titanato de Ti.

25 Para los fines de la presente invención, "precursor" significa un reactivo químico que
inicia una reacción. Con frecuencia es un alcóxido (alcóxido de la fórmula $M(OR)_n$: en donde M es un
metal, por ejemplo Ti, Zr o Si, y R es un grupo alquilo orgánico C_nH_{n-1}) o una sal de metal.

Para los fines de la presente invención, "precursor de titanato" significa un compuesto
que comprende por lo menos un átomo de titanio y es capaz de formar enlaces covalentes entre ellos
30 o con los otros precursores, incluyendo precursores de silicio silano y silicato, para formar un
aglutinante.

Para los fines de la presente invención, "precursor de zirconato" significa un
compuesto que comprende por lo menos un átomo de zirconio y es capaz de formar enlaces covalentes
entre ellos o con los otros precursores, incluyendo los precursores de silicio silano y silicato, para
35 formar un aglutinante.

Para los fines de la presente invención, "silano" significa un compuesto orgánico que comprende por lo menos un átomo de Si con por lo menos un enlace de Si-C. En un silano, los enlaces al átomo de silicio, además del enlace de Si-C, son generalmente enlaces de Si-O, Si-Si o Si-H, de manera más ventajosa Si-O.

5 Para los fines de la presente invención, "silicato" significa un compuesto orgánico o inorgánico, de manera ventajosa orgánico, que comprende por lo menos un átomo de Si sin enlaces de Si-C. En un silicato, los enlaces con el átomo de silicio, son generalmente enlaces de Si-O, Si-Si o Si-H, de manera más ventajosa Si-O.

10 Para los fines de la presente invención, "tamaño de partícula" significa la dimensión máxima de la partícula en consideración.

 Para los fines de la presente invención, "composición basada en" significa una composición que comprende la mezcla y/o el producto de reacción in situ de los varios constituyentes básicos utilizados, algunos de estos constituyentes son capaces de reaccionar y/o se destinan para reaccionar entre sí, por lo menos parcialmente durante las varias fases de preparación de la
15 composición o durante o durante la cocción posterior, modificando la composición tal como se prepara al principio. De este modo, las composiciones como se utilizan para la invención pueden ser diferentes en el estado no entrelazado y en el estado entrelazado.

 Para los fines de la presente invención, "composición sólida" significa una composición en la forma de un gel duro o en forma de polvo. La composición sólida se obtiene de manera ventajosa
20 por deshidratación de una composición acuosa. La composición sólida es rehidratable con agua y se destina para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal a base de metal en partículas en dispersión acuosa.

 Para los fines de la presente invención, "composición acuosa" significa una composición acuosa que se basa en un metal en partículas o una mezcla de metales en partículas, un
25 precursor de titanato y/o un precursor de zirconato y un silano que tiene por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo de acuerdo con la invención, que se destina para deshidratarse para dar la composición sólida de acuerdo con la invención.

 Para los fines de la presente invención, "composición de recubrimiento" significa una composición que se basa en metal en partículas en dispersión acuosa, destinada para aplicarse a un
30 sustrato, en particular un sustrato metálico, y luego someterse a una operación de cocción con el fin de producir el recubrimiento. La composición de recubrimiento consiste en la composición sólida rehidratada y opcionalmente otros compuestos agregados a esta composición. En esta solicitud, el término "composición de recubrimiento acuosa" también se puede utilizar.

 Para los fines de la presente invención, el "recubrimiento" de este modo se obtiene al
35 aplicar la composición de recubrimiento a un sustrato, en particular un sustrato metálico, la capa

de recubrimiento entonces se somete a una operación de cocción. Los términos "recubrimiento", "recubrimiento anti-corrosión" y "película de recubrimiento seca" se utilizan como sinónimos en esta solicitud.

Para los fines de la presente invención, "contenido de materia seca" significa el contenido del residuo obtenido por evaporación de los solventes y materia volátil contenida en la composición acuosa inicial o la composición de recubrimiento inicial; la evaporación se lleva a cabo de manera ventajosa en un horno durante 1 h a 180°C. El contenido de materia seca se expresa como un porcentaje en peso con base en el peso total de la composición acuosa inicial o la composición de recubrimiento inicial.

La relación molar (Ti+Zr)/Si varía de manera ventajosa de 10/90 a 60/40, de manera más ventajosa de 20/80 a 50/50, incluso de manera más ventajosa de 25/75 a 50/50.

La fuente de silicio es silano, pero también puede ser en parte silicato. Cuando un silicato también está presente, el silano no obstante es predominante en términos de moles.

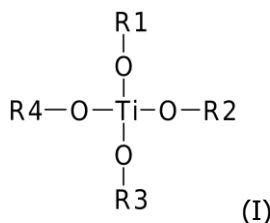
La fuente de Ti es de manera ventajosa un titanato orgánico. La fuente de Zr es de manera ventajosa un zirconato orgánico.

Cuando la composición no incluye zirconato, la relación molar Ti/Si varía de manera ventajosa de 10/90 a 60/40, de manera más ventajosa de 20/80 a 50/50, incluso de manera más ventajosa de 25/75 a 50/50.

La composición sólida está ventajosamente en forma de gel o polvo, con tamaños de partículas que oscilan de aproximadamente 2 µm a aproximadamente 3 mm.

El precursor de titanato es de manera ventajosa un titanato orgánico.

En una primera modalidad preferida, el titanato orgánico se selecciona de tetraalquil titanatos de C₁-C₁₀, de manera ventajosa tetraalquil titanatos de C₁-C₈. Se pueden representar por la siguiente fórmula (I):

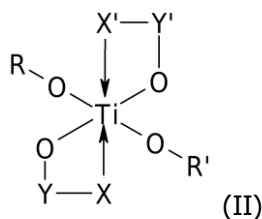


en donde R1, R2, R3 y R4 representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, preferiblemente de C₁-C₈. El tetraalquil titanato de C₁-C₁₀ de manera ventajosa tetraalquil titanato de C₁-C₈ se selecciona de manera ventajosa del grupo que consiste en tetraetil titanato (TET, Ti(OC₂H₅)₄), tetra-n-butiltitanato (T_nBT, Ti(OC₄H₉)₄), tetra-isopropoxititanato (Ti(OCH(CH₃)₂)₄), tetra-n-propoxititanato (Ti(OCH₂CH₂CH₃)₄) y octilen glicoltitanato (OGT, Ti(O₂C₈H₁₇)₄).

En una segunda modalidad, el titanato orgánico se selecciona de titanatos orgánicos en forma de quelato que no son compatibles con agua (compatible en la fase orgánica), en particular

acetilacetato de titanio y titanato de diisopropoxi-bisetilacetatoacetato, comercializado por Dorf Ketal con los nombres TYZOR® AA (acetilacetato de titanio) y TYZOR® DC (titanato de diisopropoxi-bisetilacetatoacetato).

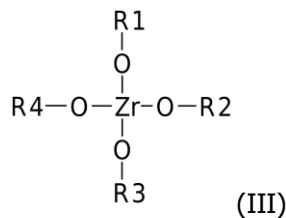
- En una tercera modalidad, el titanato orgánico se selecciona de entre los titanatos quelados compatibles en fase acuosa, que pueden representarse de manera ventajosa por la siguiente fórmula general (II):



- en donde R y R' representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, de manera ventajosa de C₁-C₈, X y X' representan independientemente un grupo funcional que comprende un átomo de oxígeno o nitrógeno, y Y y Y' representan independientemente una cadena hidrocarburo que tiene 1 a 4 átomos de carbono. X y X' de manera ventajosa representan un radical amino o lactato.

- El titanato orgánico en forma de quelato compatible en fase acuosa se selecciona de manera ventajosa del grupo que consiste en titanatos de trietanolamina (TYZOR® TE y TEP comercializados por Dorf Ketal). Como un ejemplo de titanatos orgánicos en forma de quelato compatible en fase acuosa, también se puede mencionar el titanato de alcanolamina en forma de quelato y quelato de titanato-ácido láctico, comercializado por Dorf Ketal bajo los nombres TYZOR® TA (titanato de alcanolamina en forma de quelato) y TYZOR® LA (quelato de titanato-ácido láctico).

- El precursor de zirconato es de manera ventosa un zirconato orgánico.
- En una primera modalidad preferida, el zirconato orgánico se selecciona de tetraalquil zirconatos de C₁-C₁₀, de manera ventajosa tetraalquil zirconatos de C₁-C₈, que se pueden representar de manera ventajosa por la siguiente fórmula (III):



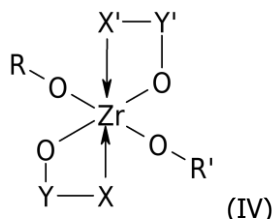
- en donde R1, R2, R3 y R4 representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, preferiblemente de C₁-C₈. El tetra-C₁-C₁₀-alquil zirconato, de manera ventajosa tetra-C₁-C₈-alquil zirconato, se selecciona de manera ventajosa del grupo que consiste en tetra-n-propil zirconato y tetra-n-butil zirconato.

En una segunda modalidad, el zirconato orgánico se selecciona de zirconatos orgánicos

en forma de quelato que no son compatibles con agua (compatibles en la fase orgánica), en particular quelato de dietil zirconato comercializado por Dorf Ketal bajo el nombre TYZOR® ZEC.

En una tercera modalidad, el zirconato orgánico se selecciona de los quelatos de zirconato compatibles en fase acuosa, que pueden representarse de manera ventajosa por la siguiente

5 fórmula general (IV):



10 en donde R y R' representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, preferiblemente de C₁-C₈, X y X' representan independientemente un grupo funcional que comprende un átomo de oxígeno o nitrógeno, y Y y Y' representan independientemente una cadena hidrocarburo que tiene 1 a 4 átomos de carbono. X y X' de manera ventajosa representan un radical amino.

El quelato de zirconato orgánico puede ser de manera ventajosa zirconato de trietanolamina (TYZOR® TEAZ comercializado por Dorf Ketal). Otro ejemplo de zirconato orgánico en forma de quelato compatible en fase acuosa es el quelato de zirconato-ácido láctico comercializado por Dorf Ketal bajo el nombre YZOR® LAZ.

15 El precursor de titanato es de manera ventajosa un titanato orgánico, de manera más ventajosa se selecciona de tetraalquil titanatos de C₁-C₈, y el precursor de zirconato es de manera ventajosa un zirconato orgánico, de manera más ventajosa se selecciona de tetraalquil zirconatos de C₁-C₈.

20 El silano lleva por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo, de manera ventajosa se selecciona de un radical alcoxi de C₁-C₄, preferiblemente de C₁-C₂.

La expresión "función hidrolizable a una función hidroxilo" significa cualquier función química que se puede hacer reaccionar con agua para convertirse en una función hidroxilo-OH.

El silano ventajosamente tiene tres funciones preferiblemente idénticas hidrolizables a funciones hidroxilo.

25 El silano tiene por lo menos uno, de manera ventajosa un radical hidrocarburo, conectado al átomo de silicio por uno de sus átomos de carbono. Este radical hidrocarburo también puede incluir heteroátomos o halógenos, de manera ventajosa heteroátomos. Este radical hidrocarburo puede ser lineal, ramificado o incluso comprender un anillo. Este radical hidrocarburo puede comprender de manera ventajosa hasta 10 átomos de carbono, de manera más ventajosa de 4 a 10
30 átomos de carbono.

En una variante preferida, el silano también tiene una función epoxi (oxirano), que promueve el entrelazado y adhesión al sustrato. De este modo, el radical hidrocarburo contiene de

manera ventajosa una función epoxi.

El silano se dispersa de manera ventajosa fácilmente en el medio acuoso y es preferiblemente soluble en dicho medio.

El silano utilizado es ventajosamente un silano epoxi-funcional seleccionado de di- o trimetoxisilano epoxi-funcional y di- o trietoxisilano epoxi-funcional y mezclas de los mismos, en particular como beta-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano, 4-(trimetoxisilil)butan-1,2-epóxido o gamma-glicidoxipropiltrimetoxisilano o gamma-glicidoxipropiltriethoxisilano. El silano utilizado puede ser también de manera ventajosa octiltriethoxisilano, feniltriethoxisilano, metiltriethoxisilano, (2-dietilfosfatoetil) triethoxi silano, viniltriethoxisilano, 3-Aminopropiltriethoxisilano, metilmetacrilato trimetoxisilano, o metilmetacrilato triethoxisilano.

La composición sólida también puede incluir un silicato. Este silicato también es una fuente de Si. El silicato es ventajosamente un alcóxido de silicio, en particular tetraetil ortosilicato ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ y llamado TEOS).

El metal en partículas de la composición de recubrimiento puede seleccionarse del grupo que consiste en pigmentos metálicos tales como aluminio, manganeso, níquel, titanio, acero inoxidable, zinc, sus aleaciones y mezclas de los mismos. El metal en partículas se selecciona de manera ventajosa de zinc y aluminio y sus aleaciones y sus mezclas o sus aleaciones con manganeso, magnesio, estaño o Galfan. El metal en partículas presente en la composición está ventajosamente en forma de polvo, de varias estructuras geométricas homogéneas o heterogéneas, incluyendo formas esféricas, laminares, lenticulares u otras formas específicas. El metal en partículas ventajosamente tiene un tamaño de partículas entre 0 y 100 μm no inclusivo, e incluso más ventajosamente entre 0 y 40 μm no inclusivo.

Cuando el metal en partículas es una aleación o mezcla de zinc y aluminio, el aluminio puede estar presente en cantidades muy chicas, por ejemplo, 1 a 5% en peso del metal en partículas, pero aun así proporciona un recubrimiento brillante. Por lo general el aluminio es por lo menos 5% en peso del metal en partículas, de manera que la relación en peso de aluminio a zinc es del orden de 0.5:9.5. Por otro lado, por razones de economía, el aluminio no representa más del 50% en peso de zinc y aluminio total, de manera que la relación en peso de aluminio a zinc puede ser tan alta como 1:1. El contenido de metal en partículas en la composición sólida será tal que en precisión, el contenido de metal en partículas de la composición de recubrimiento será mayor que 0% y no excederá aproximadamente el 80% en peso del peso total de la composición de recubrimiento para mantener la mejor apariencia del recubrimiento y generalmente será por lo menos del 10% en peso para obtener un recubrimiento brillante.

La composición sólida de manera ventajosa comprende más del 0% al 80% en peso, en particular 35% al 70%, más particularmente 45% al 70% en peso, con base en el peso total de la

composición sólida, de dicho metal en partículas.

En una modalidad, el recubrimiento comprende de manera ventajosa del 0 al 80% en peso, más ventajosamente del 10 al 75% en peso, con base en el peso total del recubrimiento, de dicho metal en partículas.

5 La composición sólida de acuerdo con la invención es ventajosamente obtenida por deshidratación de una composición acuosa en donde dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato y/o zirconato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua se han introducido.

La composición acuosa se basa ventajosamente en 5 al 25% en peso, más ventajosamente 7 al 20% en peso, incluso más ventajosamente 7 al 17% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho silano. Esta cantidad corresponde a la cantidad de dicho silano introducido durante la preparación de la composición acuosa. Una vez que todos los compuestos de la composición acuosa se han introducido, pueden reaccionar/reaccionarán entre sí para formar nuevos compuestos, entonces se hablará en cantidad de elementos de Si.

De este modo, en la composición sólida de acuerdo con la invención, el contenido de los elementos de Si (masa atómica = 28 g/mol) está ventajosamente entre 0 (no se incluye) y 5%, de manera ventajosa entre 1 y 4%, de manera más ventajosa entre 1 y 3%, en peso con base en el peso total de la composición sólida.

La composición acuosa se basa ventajosamente en 0 al 5% en peso, más ventajosamente 0 al 1.5%, incluso más ventajosamente 0 al 1% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho silicato. Esta cantidad también corresponde a la cantidad de dicho silicato introducido durante la preparación de la composición acuosa.

La composición acuosa se basa ventajosamente en 1 al 20% en peso, más ventajosamente 3 al 10% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho precursor de titanato, de dicho precursor de zirconato o de sus mezclas.

25 La composición acuosa se basa ventajosamente en 0 al 20% en peso, más ventajosamente 3 al 10% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho precursor de titanato. En esta variante, de manera ventajosa la composición acuosa no incluye un precursor de zirconato.

Estas cantidades corresponden a las cantidades introducidas de dicho precursor de titanato, de dicho precursor de zirconato o de mezclas de los mismos durante la preparación de la composición acuosa. Una vez que todos los compuestos de la composición acuosa se han introducido, pueden reaccionar/reaccionarán entre sí para formar nuevos compuestos, entonces se hablará en cantidad de elementos de Ti y/o elementos de Zr.

De este modo, en la composición sólida de acuerdo con la invención, el contenido de los elementos de Ti (masa atómica = 48 g/mol) y/o de elementos de Zr (masa atómica = 91 g/mol)

está ventajosamente entre 0 (no se incluye) y 10%, de manera ventajosa entre 1.5 y 6% en peso con base en el peso total de la composición sólida. En una variante ventajosa, la composición sólida no comprende un precursor de zirconato y el contenido de los elementos de Ti (masa atómica = 48 g/mol) está ventajosamente entre 0 (no se incluye) y 5%, ventajosamente entre 1.5 y 3% en peso con base en el peso total de la composición sólida.

El metal en partículas puede contener una cantidad menor de uno o más solventes, por ejemplo dipropilen glicol y/o gasolina blanca, especialmente cuando el metal se ha preparado en forma laminar. Los metales en partículas que contienen solvente generalmente se utilizan en la forma de pastas, que se pueden utilizar directamente con otros ingredientes en la composición. Sin embargo, los metales en partículas también se pueden utilizar en una forma seca en la composición acuosa que se va a deshidratar.

La deshidratación se puede llevar a cabo por cualquier medio conocido por el experto en la técnica tal como liofilización, zeodración, secado por pulverización o evaporación, incluyendo la evaporación al vacío. De manera ventajosa la composición sólida se obtiene de acuerdo con el proceso descrito abajo.

Para los fines de la presente invención, "composición acuosa" significa una composición que comprende, como el solvente mayoritario, en peso, agua o una mezcla de agua/alcohol. De este modo, los términos "composición acuosa" también incluyen composiciones hidroalcohólicas. Por "alcohol" se entiende en la presente cualquier alcohol ligero, es decir, que tiene menos de 10 átomos de carbono, y miscible con agua, como metanol, etanol, isopropanol, n-propanol, butanol, octilenglicol.

En la presente invención, dicha composición acuosa comprende ventajosamente por lo menos 15% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de agua, de manera más ventajosa por lo menos 25% en peso de agua, incluso de manera más ventajosa por lo menos 30% en peso de agua. En el caso en donde la composición acuosa tiene como solvente mayoritario una mezcla de agua/alcohol, dicha composición acuosa comprende de manera ventajosa por lo menos 20% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de la mezcla de agua/alcohol, de manera más ventajosa por lo menos 30% en peso de la mezcla de agua/alcohol, incluso de manera más ventajosa por lo menos 35% en peso de la mezcla de agua/alcohol, incluso más ventajosamente por lo menos 40% en peso de la mezcla de agua/alcohol.

Se encontró que la composición sólida posteriormente fue más fácilmente rehidratable cuando la composición acuosa inicial también incluía un solvente orgánico pesado, un líquido iónico o mezclas de los mismos.

De este modo, en una modalidad ventajosa de la invención, la composición sólida se obtiene por deshidratación de la composición acuosa descrita arriba, que comprende además un

solvente orgánico pesado, un solvente iónico, o mezclas de los mismos. En particular, por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende del 0.5 al 15% en peso, de manera ventajosa del 0.5 al 11% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, del solvente orgánico pesado, líquido iónico, o mezclas de los mismos. "Solvente orgánico pesado" en el contexto de la presente invención significa un solvente orgánico miscible en agua cuya presión de vapor a 20°C es preferiblemente menor que 533.29 Pa, de manera ventajosa menor que 266.64 Pa.

Ejemplos particulares de solventes orgánicos pesados que se pueden utilizar incluyen solventes de glicol tal como éteres de glicol, en particular dietilenglicol, trietilenglicol y dipropilenglicol, acetatos, propilenglicol, polipropilenglicol, alcoholes, cetonas, propilenglicol metil éter, 2,2,4 trimetil pentanodiol (1,3) isobutirato (Texanol), gasolina blanca y mezclas de los mismos.

El dipropilen glicol es particularmente ventajoso, en particular por razones económicas y ambientales.

Como un solvente orgánico pesado, los ésteres tales como lactato de etilo, oleato de metilo o ésteres de ácido graso de metilo o etilo también se pueden utilizar.

Los líquidos iónicos son sales que tienen una temperatura de fusión por debajo de 100°C, como se describe en el trabajo "Electrodeposition from Ionic Liquids" editado por Frank Endres, Douglas MacFarlane, y Andrew Abbott y, en el contexto de la presente invención, por debajo de la temperatura ambiente. Los cationes son generalmente del tipo de dialquilimidazolio, tetraalquilamonio, tetraalquilfosfonio o alquilpiridio. Los aniones son generalmente del tipo de tetrafluoroborato, hexafluorofosfato, haluro, mesilato, tosilato, triflato o acetato.

La composición sólida de acuerdo con la invención entonces se puede rehidratar, sin dificultad, para dar una composición acuosa que comprende un metal en partículas, un aglutinante basado en silano y titanato y/o zirconato.

De manera sorprendente, se encontró que una composición sólida basada en un precursor de silicio y un precursor de titanato y/o zirconio podría rehidratarse fácilmente, mientras que una composición sólida basada solo en un precursor de silicio no podría rehidratarse.

La rehidratación se realiza al agregar agua, de manera ventajosa bajo agitación. Además del agua, un solvente orgánico o un líquido iónico también se puede agregar, en proporciones en masa que corresponden con aquéllas descritas arriba para la composición acuosa inicial, de manera ventajosa en una cantidad menor o igual al 15% en peso, de manera ventajosa menor o igual al 11% en peso, oscilando de este modo del 0% al 15% en peso, ventajosamente del 0% al 11% en peso, con base en el peso total de la mezcla de agua + (solvente orgánico pesado, líquido iónico y mezclas de los mismos). La cantidad de agua, y opcionalmente solvente orgánico pesado o líquido iónico, agregado generalmente corresponde a la cantidad de líquido que estaba presente en la composición acuosa inicial, con el fin de lograr el mismo contenido de materia seca. En otra modalidad, la cantidad

de agua y opcionalmente del solvente orgánico pesado o líquido iónico, agregada puede ser más alta que la cantidad de líquido que estaba presente en la composición acuosa inicial para incrementar la estabilidad después de la rehidratación. De este modo, la composición acuosa inicial puede ser más concentrada para incrementar la productividad durante la deshidratación y se puede rehidratar a un contenido de materia seca inferior para obtener una buena estabilidad de la composición final.

El contenido de materia seca de la composición rehidratada objetivo varía de manera ventajosa de 35% a 50%, de manera más ventajosa de 38% a 45%. El contenido de materia seca de la composición acuosa inicial varía de manera ventajosa de 35% a 60%, de manera más ventajosa de 35% a 50%, incluso de manera más ventajosa de 38% a 45%.

La composición acuosa rehidratada es estable, por lo menos tan estable como la composición acuosa original, si no más estable.

De acuerdo con una variante ventajosa, uno o más pigmentos inhibidores de corrosión se agregan a la composición sólida, antes o después de la deshidratación, tal como tri- o polifosfato de aluminio, fosfatos, molibdatos, silicatos alcalinos o alcalinotérreos tales como silicato de sodio, potasio o litio, y zinc, estroncio, calcio, boratos de bario y sus mezclas, en contenidos tales que, cuando se rehidrata, la composición comprende del 0.2 al 7% en peso, de manera ventajosa del 0.2 al 4% en peso, de dicho pigmento, con base en el peso total de la composición sólida rehidratada.

De acuerdo con una variante ventajosa, un agente humectante se agrega a la composición sólida, antes o después de la deshidratación, en un contenido que, una vez rehidratada, la composición comprende de manera ventajosa menos del 4% en peso, de manera ventajosa entre 0.1 y 4% en peso, de dicho agente humectante con base en el peso total de la composición.

De acuerdo con una variante ventajosa, un modificador de pH se agrega a la composición sólida, antes o después de la deshidratación, generalmente seleccionada de los óxidos e hidróxidos de metales alcalinos, de manera ventajosa litio y sodio, los óxidos y los hidróxidos de metales que pertenecen a los grupos IIA y IIB de la tabla periódica, tales como compuestos de estroncio, calcio, bario, magnesio y zinc. El modificador de pH también puede ser un carbonato o nitrato de los metales antes mencionados.

De acuerdo con una variante ventajosa, los fosfatos, sustituyentes que contienen fósforo, tal como ferrofosfato (pigmento), sales inorgánicas, se agregan a la composición sólida, antes o después de la deshidratación, en un contenido que, una vez rehidratada, la composición comprende ventajosamente menos del 5%, ventajosamente menos del 2%, en peso con relación al peso de la composición sólida rehidratada.

La composición de acuerdo con la invención está libre ventajosamente de cromo VI. Sin embargo, la composición puede contener cromo en una forma soluble e insoluble tal como, por ejemplo, cromo metálico o cromo en estado de oxidación III.

La presente invención también tiene como su objetivo un proceso para preparar una composición sólida de conformidad con la invención, que comprende un paso de deshidratación de una composición acuosa basada en dicho metal en partículas, dicho precursor de titanato y/o zirconato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, como se definió previamente.

5 En una primera modalidad, la deshidratación se lleva a cabo por medio de liofilización.

La liofilización es un método particularmente bien conocido para el secado al vacío a baja temperatura de productos líquidos previamente congelados. La liofilización consiste en la eliminación gradual de agua del producto previamente congelado por sublimación.

10 En esta primera modalidad, el proceso comprende un paso de congelar dicha composición acuosa y luego un paso de liofilización.

Dicha composición acuosa por ejemplo se puede congelar por medio del uso de nitrógeno líquido.

15 La liofilización se lleva a cabo de manera ventajosa a una temperatura entre -70°C y -90°C , de manera ventajosa -80°C , y a una presión entre 5 Pa y 30 Pa, de manera ventajosa entre 10 Pa y 26 Pa.

En una segunda modalidad, la deshidratación se lleva a cabo por medio de zeodración.

El proceso de zeodración es un método de secado al vacío en presencia de un lecho de zeolita. No requiere un paso de congelación.

20 En una tercera modalidad, la deshidratación se lleva a cabo por medio de evaporación al vacío, de manera ventajosa a una temperatura cerca de la temperatura ambiente.

El proceso de evaporación al vacío es un método bien conocido de evaporación de agua a una temperatura significativamente más baja que la temperatura de ebullición estándar.

25 En la presente invención, la evaporación al vacío se lleva a cabo de manera ventajosa a una temperatura por debajo de 60°C , de manera más ventajosa de 35°C a 50°C . El vacío se puede obtener por ejemplo con una presión que oscila de 1500 Pa a 9000 Pa. En particular, a escala de laboratorio, por ejemplo, el vacío se puede obtener con una presión de 1500 a 2500 Pa, en particular 2000 Pa; mientras que a escala industrial, por ejemplo, el vacío se puede obtener con una presión de 3000 a 8500 Pa, en particular entre 5000 y 8000 Pa.

30 Alternativamente, la deshidratación se puede lograr por medio de secado por pulverización. El secado por pulverización es un método para deshidratar un líquido en forma de polvo al pasarlo a través de una corriente de aire caliente. De manera ventajosa, en el contexto de la presente invención, los parámetros del secado por pulverización se determinan para obtener una temperatura del polvo menor que 60°C , de manera más ventajosa oscilando de 35°C a 50°C .

35 Una vez que se obtiene la composición sólida, por deshidratación por medio de un método adecuado, en particular uno de los cuatro métodos descritos arriba, el proceso puede incluir

un paso de reducir el tamaño de las partículas de polvo, por ejemplo, por medio de una acción mecánica que no afecta la integridad de las partículas de metal. Esta posible acción mecánica aplicada a las partículas sólidas obtenidas se puede utilizar para ajustar la finura del polvo deseado. Este paso afectará la densidad aparente del polvo obtenido y puede acelerar el paso de deshidratación subsiguiente.

De acuerdo con otra modalidad, una vez que se obtiene la composición sólida, por deshidratación de acuerdo con un método adecuado, en particular por secado por pulverización, el proceso puede incluir un paso de granulación para incrementar el tamaño de las partículas de polvo. Este paso también afectará la densidad aparente del polvo obtenido y puede acelerar el paso de rehidratación subsiguiente.

La preparación de una composición sólida, fácilmente rehidratable, permite en particular reducir los volúmenes de almacenamiento. También permite incrementar la vida de servicio de la composición de recubrimiento ya que la composición sólida es sustancialmente menos sensible a la degradación que una composición acuosa y porque, después de la hidratación, la composición acuosa obtenida es por lo menos tan estable como la composición acuosa que no se ha sometido al proceso de acuerdo con la invención.

La invención también se refiere a un proceso para preparar una composición acuosa que comprende por lo menos un metal en partículas, un aglutinante basado en silano y titanato y/o zirconato que comprende un paso de hidratar una composición sólida de conformidad con la invención o que se obtiene por el proceso de conformidad con la invención.

La hidratación, de manera más precisa la rehidratación, se realiza al agregar agua, de manera ventajosa bajo agitación. Además del agua, un solvente orgánico o un líquido iónico también se puede agregar, en proporciones en masa que corresponden con aquéllas descritas arriba para la composición acuosa inicial, de manera ventajosa en una cantidad menor o igual al 15% en peso, de manera ventajosa menor o igual al 11% en peso, oscilando de este modo del 0% al 15% en peso, ventajosamente del 0% al 11% en peso, con base en el peso total de la mezcla de agua + (solvente orgánico, líquido iónico y mezclas de los mismos). La cantidad de agua, y opcionalmente solvente orgánico o líquido iónico, agregado generalmente corresponde a la cantidad de líquido que estaba presente en la composición acuosa inicial, con el fin de lograr el mismo contenido de materia seca. De acuerdo con otra modalidad de la invención, la composición acuosa inicial puede ser más concentrada para incrementar la productividad durante la deshidratación y se puede rehidratar a una materia seca inferior para obtener una buena estabilidad de la composición final.

El contenido de materia seca objetivo varía de manera ventajosa de 30 a 50, de manera más ventajosa de 38 a 45. El contenido de materia seca de la composición acuosa inicial varía de manera ventajosa de 35% a 60%, de manera más ventajosa de 35% a 50%, incluso de manera

más ventajosa de 38% a 45%.

La composición acuosa rehidratada es estable, por lo menos tan estable como la composición acuosa original, si no más estable.

5 La composición acuosa rehidratada es adecuada para proteger las partes de metal de la corrosión.

De acuerdo con una variante ventajosa, un agente espesante se agrega a la composición de recubrimiento acuosa rehidratada. El agente espesante se selecciona de manera ventajosa del grupo que consiste en derivados de celulosa tales como hidroximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, acetobutirato de celulosa, goma de xantano, micro o nano
10 fibrillas de celulosa, espesantes asociativos de tipo poliuretano o acrílico, sílices, silicatos tales como silicatos de magnesio y/o litio, arcillas organofílicas tratadas opcionalmente y mezclas de los mismos. El contenido del agente espesante es ventajosamente menor que 7% en peso con base en el peso total de la composición, de manera ventajosa entre 0.005 y 7% en peso con base en el peso total de la composición.

15

Esta composición acuosa rehidratada es particularmente adecuada para la preparación de un recubrimiento anti-corrosión para partes de metal. El recubrimiento se obtiene al aplicar la composición de recubrimiento de acuerdo con la invención a un sustrato, en particular un sustrato metálico, de manera ventajosa al pulverizar, drenar por inmersión o centrifugar por inmersión, la capa
20 de recubrimiento luego se somete a una operación de cocción realizada preferiblemente a una temperatura entre 120°C y 350°C, durante aproximadamente 10 a 60 minutos, suministrando energía térmica, tal como por convección o infrarrojo, o durante aproximadamente 30 segundos a 5 minutos por inducción.

En particular, el recubrimiento anti-corrosión resultará de una operación de aplicación
25 que implica, antes de una operación de cocción, una operación de secado de las partes recubiertas, de manera ventajosa metálicas, por medio del suministro de energía térmica, tal como por convección, infrarrojo o inducción, a una temperatura de entre 30 y 250°C, de manera ventajosa del orden de 70°C, en convección o infrarrojo durante 10 a 30 minutos en línea o durante aproximadamente 30 segundos a 5 minutos por inducción. Antes del recubrimiento, en la mayoría de los casos, es
30 aconsejable eliminar la materia extraña de la superficie del sustrato, particularmente mediante una limpieza y desengrase cuidadosos. Bajo estas condiciones, el espesor de la película de recubrimiento seco de este modo aplicada está ventajosamente entre 3 μm (11 g/m²) y 30 μm (110 g/m²) y preferiblemente entre 4 μm (15 g/m²) y 12 μm (45 g/m²), más particularmente entre 5 μm (18 g/m²) y 10 μm (40 g/m²).

35

El sustrato es ventajosamente metálico, preferiblemente acero o acero recubierto

con zinc o una capa a base de zinc depositada mediante diversos métodos de aplicación, incluyendo la deposición mecánica, al hierro fundido y al aluminio.

- El sustrato metálico se puede tratar previamente, por ejemplo, por tratamiento con cromato o fosfato. De este modo, el sustrato se puede tratar previamente para tener, por ejemplo,
- 5 un recubrimiento de fosfato de hierro en una cantidad de 0.1 a 1 g/m² o un recubrimiento de fosfato de zinc en una cantidad de 1.5 a 4 g/m².

EJEMPLOS

- 10 Los siguientes ejemplos muestran formas en las que la presente invención se puede implementar, pero de ninguna manera limitan la presente invención.

Cromatografía en fase gaseosa (GPC)

Las condiciones del análisis son las siguientes:

- 15 Eluyente = agua – Velocidad de flujo = 0.8 mL/min – Dilución = 1 qs 60 – Inyección = 100 µL – Detector: Índice de refracción a 35°C – Columnas tipo gel TSK termostatzadas a 40°C: 1 pre-columna + 2 columnas G2500PWXL + 1 columna G3000 PWXL + 1 columna G4000 PWXL.

Viscosidad

- 20 La medición de un tiempo de flujo con una copa consistométrica tipo DIN 4 o AFNOR 4.

Preparación de los paneles de prueba:

- A menos que se especifique de otra forma, los paneles de prueba son típicamente paneles de acero con poco carbono laminados en frío. Se pueden preparar primero por inmersión en
- 25 una solución de limpieza. Los paneles entonces se pueden frotar con una almohadilla de limpieza, enjuagarse con agua y luego sumergirse de nueva cuenta en la solución de limpieza. Después de eliminar la solución, los paneles se enjuagan con agua corriente y se secan.

Preparación de los tornillos de prueba:

- 30 Los tornillos se desengrasan en un medio alcalino a 80°C, luego se enjuagan con agua y se secan antes de ser granallado.

Aplicación del recubrimiento a las partes de prueba y peso del recubrimiento:

Las partes limpias se revisten típicamente al sumergirlas en la composición de recubrimiento, eliminando y drenando la composición en exceso de las mismas, algunas veces con acción moderada de agitación y luego se cuecen a una temperatura correspondiente a la tecnología que se ha rehidratado. Los pesos de recubrimiento (g/m^2) se determinan por medio de pesaje comparativo antes y después del recubrimiento.

Prueba de resistencia a la corrosión – horas de resistencia a la pulverización de la sal:

Las pruebas de pulverización de la sal se realizaron de acuerdo con ISO9227 (Mayo 2012).

Una puntuación de 10 corresponde a 0 trazas de óxido rojo en la parte.

EJEMPLO COMPARATIVO 1

Deshidratación por liofilización o evaporación al vacío de una composición de recubrimiento a base de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores basados únicamente en Si

Deshidratación:

- liofilización

1 litro de una composición CC1, distribuido en 4 matraces de fondo redondo, se liofilizó, después de la congelación previa en nitrógeno líquido. La operación de liofilización, llevada a cabo a -80°C y a una presión de entre 10 mbar y 26 mbar, tomó 24 h para obtener un sólido deshidratado.

La composición se sometió a destilación antes de la liofilización para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

El polvo resultante se almacenó durante 2 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

- Evaporación al vacío

280 g de una composición CC1 se evaporó durante 5 h bajo vacío (2000 Pa) a una temperatura de baño de agua de 40°C para obtener un sólido que podría ser finamente molido.

La composición se sometió a destilación antes de la evaporación al vacío para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol que resulta de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

El polvo resultante se almacenó durante 1 día a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

En ambos procesos, la composición CC1 se prepara de los compuestos de acuerdo con los datos en el siguiente cuadro (% en masa introducido* con relación al peso total inicial):

5

CUADRO 1

	CC1
Zn ¹	27.3
Al ²	6.4
Glicidoxipropiltrietoxisilano	8
Tetraetil ortosilicato	2
Dipropilen glicol	10
Agua	37.6
Aditivos	8.7

¹ Pasta de zinc a aproximadamente 92% de gasolina blanca

² Polvo de Alu Chromal VIII comercializado por Eckart Werke (materia seca de Al: 80% en peso)

**Los niveles que se dan en el Cuadro 1 son los niveles inicialmente introducidos en la mezcla. De hecho, algunos de los constituyentes introducidos pueden o reaccionarán entre sí, por lo menos parcialmente, durante las varias etapas de fabricación de la composición, o durante la cocción subsiguiente, de este modo modificando la composición tal como se prepara desde el principio. Esto también se aplica a los Cuadro 2 y 5.*

15

Rehidratación:

Las pruebas de rehidratación del polvo de la composición CC1, obtenidas después de la liofilización o la evaporación al vacío, se intentaron sin éxito. En ambos casos, el polvo de la composición a base de aglutinante de Si obtenido no es rehidratable.

20

EJEMPLO 1

Deshidratación por liofilización o evaporación al vacío de una composición de recubrimiento a base de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores basados en Si y Ti

25

Deshidratación:

- Liofilización

30

1 litro de una composición CI1, distribuido en 4 matraces de fondo redondo, se liofilizó, después de la congelación previa en nitrógeno líquido. La operación de liofilización, llevada a cabo a -80°C y a una presión de entre 10 Par y 26 Pa, tomó 24 h para obtener un sólido deshidratado que posteriormente se molió en un polvo fino con un tamaño de partícula que oscila de aproximadamente

2 µm a unos pocos mm.

La composición se sometió a destilación antes de la liofilización para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

5 El polvo resultante se almacenó durante 2 a 3 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

- Evaporación al vacío

10 350 g de una composición CI1 se evaporó durante 7.5 h bajo vacío (2000 Pa) a una temperatura de baño de agua de 40°C con el fin de obtener un sólido que podría ser finamente molido.

La composición se sometió a destilación antes de la evaporación al vacío para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol que resulta de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

15 El polvo resultante se almacenó durante 1 día a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

La composición de la composición CI1 se prepara de los compuestos de acuerdo con los datos en el siguiente cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

CUADRO 2

	CI1
Zn ¹	23.7
Al ²	1.6
Glicidoxipropiltrietoxisilano	13.8
Tetraetil ortosilicato	0.7
Tetra etoxititanato	4.4
Dipropilen glicol	5.5
Agua	43.1
Aditivos	7.2

20 ¹ Zinc seco

² Polvo Alu Chromal VIII comercializado por Eckart Werke

En CI1, la relación molar Ti/Si es 27/73.

25 Rehidratación:

El polvo de la composición CI1, ya sea obtenido por liofilización o por evaporación al vacío, se rehidrató fácilmente a una velocidad de agitación de aproximadamente 300-500 rpm, al agregar agua desmineralizada, con el fin de obtener un líquido con la misma materia seca en peso que la composición líquida original (contenido de materia seca = 41-42%). La composición de este modo

obtenida se menciona como:

- CI'1 cuando el polvo se obtiene por liofilización
- CI''1 cuando el polvo se obtiene por evaporación al vacío.

La estabilidad de las composiciones CI1 / CI'1 / CI''1 después de espesar mediante la adición de un espesante celulósico, bajo agitación, una vez que la composición está completamente rehidratada, y después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 3

	CI1	CI'1	CI''1
Viscosidad CA4 (seca) a aproximadamente 30 días, 20°C	103	105	98
pH, a aproximadamente 30 días, 20°C	8.4	8.2	8.2

10

El rendimiento de la pulverización de la sal obtenido es equivalente, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 4

	CI1	CI'1	CI''1
Peso del recubrimiento (g/m ²)	27.4	27.4	28.3
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a t = 0 Nota 10	1368	1176	1368

15

EJEMPLO 2

Deshidratación por liofilización o evaporación al vacío de una composición de recubrimiento de la matriz de sol-gel obtenida de los precursores de Si y Ti, enriquecida con Ti

20

Deshidratación:

- Liofilización

1 litro de una composición CI2, distribuido en 4 matraces de fondo redondo, se liofilizó, después de la congelación previa en nitrógeno líquido. La operación de liofilización, llevada a cabo a -80°C y a una presión de entre 10 Pa y 26 Pa, tomó 24 h para obtener un sólido deshidratado que posteriormente se molió en un polvo fino con un tamaño de partícula que oscila de aproximadamente 2 µm a unos pocos mm.

25

La composición se sometió a destilación antes de la liofilización para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol de las reacciones de monómero, y luego

se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

El polvo resultante se almacenó durante aproximadamente 3 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

5 • Evaporación al vacío

1038 g de una composición CI2 se evaporó durante 2.5 h bajo vacío (2000 Pa) a una temperatura de baño de agua de 40°C para obtener un sólido que podría ser finamente molido.

La composición se sometió a destilación antes de la evaporación al vacío para eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol que resulta de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

El polvo resultante se almacenó durante 2 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

Los compuestos base de la composición CI2 se dan en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

15

CUADRO 5

	CI2
Zn ¹	27.8
Al ²	3.6
Glicidoxipropiltrietoxisilano	7.2
Tetra-isopropoxititanato	7.2
Agua	48.5
Aditivos	5.7

¹ Zinc seco

² Alu Silbercote AQ E 2169 F3X

20 En CI2, la relación molar Ti/Si es 50/50. Después de la liofilización, el contenido de la materia seca es 96.8%.

Rehidratación:

25 El polvo de la composición CI2, ya sea obtenido por liofilización o evaporación al vacío, se rehidrató luego fácilmente a una velocidad de agitación de aproximadamente 300 a 500 rpm al agregar agua desmineralizada, con el fin de obtener un líquido con la misma materia seca en peso que la composición líquida original.

EJEMPLO 3**Deshidratación por pulverización de una composición de recubrimiento a base de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores basados en Si y Ti**

5 Deshidratación:

Aproximadamente 2.2 kg de la composición CI3 diluida al 35% de la materia seca se deshidrató por pulverización. Los parámetros de pulverización se ajustaron para obtener un polvo seco con una temperatura por debajo de 40°C.

10 El polvo resultante se almacenó durante 2 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

Los compuestos base de la composición CI3 se dan en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

CUADRO 6

	CI3
Zn ¹	23.7
Al ²	1.6
Glicidoxipropiltrietoxisilano	13.8
Tetraetil ortosilicato	0.7
Tetra etoxititanato	4.4
Dipropilen glicol	2.5
Agua	46.1
Aditivos	7.2

15 ¹ Zinc seco

² Alu Silbercote AQ E 2169 F3X

En CI3, la relación molar Ti/Si es 27/73. Después del secado por pulverización, el contenido de la materia seca es 90.3%.

20

Rehidratación:

25 El polvo de la composición CI3 se rehidrató con facilidad (< 24 h) a una velocidad de agitación de aproximadamente 300 a 500 rpm, al agregar agua desmineralizada, con el fin de obtener un líquido con la misma materia seca en peso que la composición líquida de partida (contenido de materia seca = 41-42%). La composición de este modo obtenida se denomina:

- CI3' cuando el polvo se obtiene por secado por pulverización
- Las composiciones CI3 / CI3' después de espesar mediante la adición de un espesante celulósico, bajo agitación, una vez que la composición está completamente rehidratada, tienen los mismos parámetros, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 7

	CI3	CI3'
Viscosidad CA4 (seca) a aproximadamente 30 días, 20°C	126	101
pH, a aproximadamente 30 días, 20°C	8.4	8.3

Los rendimientos de la resistencia de la pulverización de la sal obtenidos en los tornillos son por lo menos equivalentes, o incluso superiores, como se muestra en el siguiente Cuadro:

5

CUADRO 8

	CI3	CI3'
Peso del recubrimiento (g/m ²) a t = 0	26.1	27.7
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a t = 0 Nota 10	672	1296
Peso del recubrimiento (g/m ²) a t = 1 mes 20°C	25.3	23.8
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a t = 1 mes 20°C Nota 10	720	672

EJEMPLO 4

Deshidratación por evaporación al vacío de una composición de recubrimiento a base de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores basados en Si y Ti

10

Deshidratación:

978 g de la composición CI4 de 60.7% de materia seca se evaporaron durante 7 h 5 min bajo vacío (2000 Pa) a una temperatura de baño de agua de 40°C para obtener un sólido que podría ser finamente molido.

15

El polvo resultante se almacenó durante 12 días a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

Los compuestos base de la composición CI4 se dan en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

20

CUADRO 9

	CI4
Zn ¹	29.1
Al ²	4.1
Glicidoxipropiltrimetoxisilano	18.3
Tetraetil ortosilicato	1.4
Tetra etoxititanato	6
Dipropilen glicol	8
Alcoholes (etanol + 3% isopropanol)	5.2
Agua	16.5
Aditivos	11.5

¹ Zinc seco

² Polvo Alu Chromal VIII comercializado por Eckart Werke

En la composición CI4 la relación Ti/Si es 24/76.

5

Rehidratación:

El polvo de la composición CI4 se rehidrató con facilidad (< 10 h) a una velocidad de agitación de aproximadamente 300 a 500 rpm, al agregar agua desmineralizada, con el fin de obtener un líquido de materia seca en peso de 38.6%. La composición de este modo obtenida se denomina:

10

- CI4' cuando el polvo se obtiene por evaporación al vacío

La estabilidad de las composiciones CI4 / CI4' con una materia seca del 38%, después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 10

	CI4 (DM=60%)	60% CI4 diluido al 38% mediante la adición de agua desmineralizada	CI4'
Viscosidad CA4 (seca) a aproximadamente 30 días, 20°C	gel	21	23
pH, a aproximadamente 30 días, 20°C	NA	7.7	7.9

15

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una composición sólida rehidratable en agua para la producción de una composición acuosa que comprende un metal particular, un aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato), un método para producir dicha composición, y un método para producir una
5 composición acuosa que comprende un metal particular, un aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato) al hidratar dicha composición sólida.