

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

REF: Expediente No. **NC2020/0007609**, solicitud de patente de invención a favor de **NOF METAL COATINGS EUROPE**. Título: **AGLUTINANTES DESHIDRATADOS EN FORMA SÓLIDA, MÉTODO DE PRODUCCIÓN DE LOS MISMOS Y MÉTODO PARA REHIDRATARLOS**

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. 5007 relacionado con la patentabilidad de la presente invención y notificado el 27 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. Modificación de las reivindicaciones

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:

- Las reivindicaciones 2, 3, 4, 11, 12 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta.
- La reivindicación 1 ha sido modificado para especificar la relación molar Ti/Si en un rango de 50/50, y además especifica que la composición sólida se encuentra en forma de polvo, con un tamaño de partícula que oscila entre 2 μ m y 3 mm y donde la composición sólida se obtiene por deshidratación de una composición acuosa en la que se han introducido dicho titanato, dicho silano y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 15% en peso de solvente orgánico pesado, solvente iónico, o mezclas de los mismos, basado en el peso total de dicha composición acuosa.

Esta modificación encuentra sustento en la memoria descriptiva de la solicitud, y el capítulo reivindicatorio originalmente presentado, especialmente en las reivindicaciones 3, 11 y 12.

- La antigua reivindicación 5 (nueva reivindicación 2 debido al cambio de numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a la expresión “*de manera ventajosa*” y “*al precursor de zirconato el cual es un zirconato orgánico seleccionado de manera ventajosa de tetraalquil zirconato de C₁-C₈*”.

- La antigua reivindicación 7 (nueva reivindicación 4 debido al cambio de numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“di o trimetoxisilano epoxi funcional y di o trietoxisilano epoxi funcional, así como también mezclas de los mismos, en particular tal como”*.
- La antigua reivindicación 8 (nueva reivindicación 5 debido al cambio de numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“un silicato, ventajosamente un alcóxido de silicio, en particular”*.
- La antigua reivindicación 9 (nueva reivindicación 6 debido al cambio de numeración) ha sido modificada para eliminar la referencia a *“dicho precursor de titanato y/o zirconato, dicho silano, opcionalmente”, “y agua”*.
- La antigua reivindicación 10 (nueva reivindicación 7 debido al cambio de numeración) ha sido modificada para especificar que la composición acuosa comprende entre 25% y 55.6% en peso de agua, con base en el peso total de dicha composición acuosa.
- Las antiguas reivindicaciones 13 y 15 (nuevas reivindicaciones 8 y 10 debido al cambio de numeración) han sido modificadas para eliminar la referencia a *“y/o zirconato”*.

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 y encuentra soporte en las reivindicaciones originalmente presentadas, así como en la descripción de la solicitud.

2. Claridad de las reivindicaciones

i) El Examinador establece 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.

Con referencia a lo anteriormente mencionado, me permito manifestar que el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado para especificar en su reivindicación 1, una composición sólida hidratable con agua que comprende un aglutinante con base en silano y titanato, un precursor de titanato y un silano en donde la relación molar de Ti/Si es 50/50, siendo dichos componentes también descritos a lo largo de las reivindicaciones dependientes, por ejemplo, en cuanto al precursor de titanato, la nueva reivindicación 2 establece que corresponde a tetraalquil titanatos de C₁-C₈. De igual forma se procede con los elementos adicionales mencionados a lo largo de las reivindicaciones.

Considerando lo anterior, es importante mencionar que de acuerdo a la Tabla 1 establecida por el Examinador, la composición sólida reclamada en efecto comprende los componentes allí especificados, no obstante, el Examinador pretende que el alcance de las reivindicaciones sea restringido específicamente a los ejemplos de la presente solicitud,

cuando los ejemplos dentro de una solicitud de patente se enfocan en definir una generalización razonable del alcance enseñado por la solicitud. Así, los ejemplos son utilizados como base de referencia para demostrar los avances científicos hechos por parte de los inventores, es decir, sirven como modelos aclaratorios que permiten que cualquier persona normalmente versada en la materia pueda no sólo entender la invención, pero también reproducir la misma. En este sentido, restringir estos elementos a un único componente, como lo esperaría el Examinador, resultaría en una restricción injusta del concepto global aquí reclamado y al que los inventores tienen derecho. Por lo tanto, atentamente solicito a ese Despacho retirar las objeciones al respecto, ya que el Capítulo Reivindicatorio Modificado es completamente claro y encuentra sustento a lo largo de la memoria descriptiva de la solicitud.

ii) 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, atentamente me permito manifestar que la reivindicación 1 ha sido modificada para establecer por ejemplo que la relación molar Ti/Si es de 50/50, 0,5 a 15% en peso de solvente orgánico pesado, solvente iónico o mezclas de los mismos, basado en el peso total de dicha composición acuosa. De igual forma, las reivindicaciones dependientes definen parámetros concretos como la nueva reivindicación 7 que establece 25% en peso de agua con base en el peso total de la composición acuosa, de manera ventajosa por lo menos 32% en peso de agua, siendo dicha composición acuosa la base de obtención de la composición sólida reclamada mediante deshidratación de la misma. Así las cosas, es claro que la modificación de la reivindicación 1, como de las demás reivindicaciones, involucra la mención de características esenciales soportadas por la memoria descriptiva de la solicitud.

No obstante, es importante mencionar que definir proporciones más específicas de aquellas mencionadas en el Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta, correspondería a una restricción arbitraria al alcance que las reivindicaciones comprenden. Por lo tanto, de manera respetuosa solicito a ese Despacho, retirar las objeciones al respecto, además de aceptar y analizar las modificaciones aquí presentadas.

iii) El Examinador establece que las s reivindicaciones 1, 2, 5, 7, 8, 10, 13 y 15, 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. Asimismo, el Examinador establece que las reivindicaciones 3 y 10 emplean los términos "aproximadamente", "por lo menos", los cuales son imprecisos y no permiten distinguir la invención del estado de la técnica.

En respuesta a las anteriores objeciones, me permito manifestar que los términos "y/o", "de manera más ventajosa", "en especial", "en particular tal como", "ventajosamente", "en particular", "aproximadamente" han sido eliminados del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Por consiguiente, considero superadas las objeciones al respecto.

Por otro lado, y en cuanto a los términos "opcionalmente", "por lo menos" y "de manera ventajosa", me permito señalar que dichos términos no son imprecisos y permiten distinguir la invención del estado de la técnica. Particularmente, ambos términos son utilizados

mundialmente en el ámbito de patentes, en donde, por ejemplo, “opcionalmente” da a entender a cualquier persona medianamente versada en la materia que se podría seleccionar optativamente en la composición acuosa un silicato y agua tal y como lo establece la nueva reivindicación 8. Por otro lado, con respecto al término “*por lo menos*”, me permito señalar que este establece una condición mínima dentro del alcance de las reivindicaciones. Por ejemplo, la reivindicación 1 establece que el componente silano porta por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si concreta. De igual forma procede con el término “de manera ventajosa” que permite enfatizar el porcentaje en peso de agua de la nueva reivindicación 7. Así las cosas, es evidente que 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 es completamente claro para la persona del oficio normalmente versada en la materia con la sola lectura de las reivindicaciones y la memoria descriptiva de la solicitud.

En este sentido, atentamente solicito retirar las objeciones a este respecto.

iv) El Examinador establece que las reivindicaciones 1 y 13 no son concisas, ya que los términos: “precursor de titanato”, “precursor de zirconato”, “silano”, “función hidrolizable a una función hidroxilo”, 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.

Contrario a lo dispuesto por el Examinador, atentamente me permito señalar que los señalamientos anteriormente mencionados son errados, ya que los elementos enunciados en las reivindicaciones se encuentran comprendidos dentro del objeto de la solicitud y de conformidad con las modificaciones realizadas, ahora se establecen las posibles opciones de dichos componentes, por ejemplo, la nueva reivindicación 2 revela que el precursor de titanato es un titanato orgánico seleccionado de tetraalquil titanatos de C_1-C_8 y la nueva reivindicación 4 enseña que el silano puede ser seleccionado de una lista concreta de componentes. Así las cosas, si bien las reivindicaciones independientes enuncian los elementos de la composición y etapas y características técnicas esenciales del proceso, estas no deben restringirse a un único compuesto, sino por el contrario, pueden definir las modalidades preferidas de la invención de forma tal que revelen una generalización razonable al concepto inventivo al que los inventores tienen derecho a reclamar. No obstante, es pertinente señalar que el Examinador no puede dejar de lado las características y condiciones enunciadas en las reivindicaciones dependientes cuando éstas también hacen parte del Capítulo Reivindicatorio de la presente solicitud y de la solución al problema técnico que se pretende resolver. Así las cosas, de manera atenta solicito retirar las objeciones al respecto.

v) El Examinador establece que las reivindicaciones 9 - 12 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.

Inicialmente, me permito señalar que las reivindicaciones 11 y 12 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio, por lo que considero superadas las objeciones al respecto. Por otro lado, en cuanto a las reivindicaciones 9 y 10, atentamente me permito manifestar que contrario a lo señalado por el Examinador, estas reivindicaciones si bien se dirigen a una composición sólida, esta se define mediante características esenciales que permiten una descripción adicional de la composición.

Concretamente, la reivindicación 9 (nueva reivindicación 6 debido a la nueva numeración), menciona que la composición sólida se obtiene por deshidratación de una composición acuosa, que comprende entre 25% y 55.6% en peso de agua (antigua reivindicación 10-nueva reivindicación 7), lo que corresponde a características técnicas únicas que permiten distinguir con claridad la presente invención de otras solicitudes. Además, estas características de obtención son esenciales para el entendimiento y alcance de la composición reclamada, de forma tal que cualquier experto pueda reproducirlas mediante el proceso descrito. Así las cosas, esto permite que cualquier persona versada en la materia comprenda a cabalidad el concepto inventivo reclamado, en donde particularmente las nuevas reivindicaciones 6 y 7 al ser reivindicaciones dependientes aportan características completamente válidas y adicionales a la invención especificada en la reivindicación independiente. Por lo tanto, amablemente solicito retirar las objeciones al respecto.

vi) El Examinador establece que las reivindicaciones 13 y 15 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.

Opuesto a lo mencionado por el Examinador, me permito señalar que las reivindicaciones 13 y 15 (nuevas reivindicaciones 8 y 10) son totalmente aceptables en el ámbito de patentes. Si bien estas reivindicaciones se dirigen a un proceso de preparación de una composición sólida caracterizado por etapas y características concretas, éste hace referencia a las reivindicaciones previamente establecidas y alusivas a la composición, porque precisamente, dicho proceso pretende obtener una composición con características específicas como las aquí mencionadas. Este tipo de reivindicaciones es mundialmente aceptado y en el presente caso, el proceso *per se*, está siendo caracterizado por sus etapas y no por las características del producto a obtener. Es más, la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad menciona como ejemplo el siguiente:

“Por ejemplo: si la reivindicación menciona un procedimiento para obtener el compuesto de fórmula I caracterizado porque R significa hidrógeno, cloro ó alquilo y R1 significa hidrógeno, oxígeno ó nitrógeno; el examinador requerirá al solicitante que defina el procedimiento de síntesis por sus etapas y no por las características del producto a obtener.”

En el presente caso, lo anterior no ocurre porque el proceso reclamado comprende por etapa la deshidratación de una composición acuosa que comprende dicho precursor de titanato, silano y opcionalmente dicho silicato, y agua (componentes previamente definidos en las reivindicaciones 7-10). Así las cosas, respetuosamente, solicito retirar las objeciones al respecto.

vii) El Examinador establece que las reivindicaciones 1, 9, 13 y 15 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 de la parte caracterizante como del preámbulo.

En respuesta a lo anterior, me permito señalar que el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado para eliminar la referencia a “y/o zirconato”. Por lo tanto, la composición reclamada comprende un precursor de titanato y un silano, en donde la relación molar Ti/Si es de 50/50 (reivindicación 1 modificada). En este sentido, considero superadas las objeciones al respecto.

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 pliego de Reivindicaciones modificado 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. En este sentido el capítulo descriptivo no presenta evidencia de composiciones sólidas hidratables con agua con todas las múltiples alternativas que menciona en las reivindicaciones. Adicionalmente, la descripción emplea las unidades mbar, mmHg (Pág. 7, 9, 13, 15 - 16, 18 - 20). Se sugiere hacer la conversión de unidades al Sistema Internacional (Pa).

ii) En respuesta a lo anterior, atentamente me permito resaltar que, junto al presente memorial de respuesta, adjunto el Capítulo Descriptivo debidamente modificado, en donde las unidades de mbar y mmHg han sido modificadas para especificar Pascales (Pa). Por lo tanto, considero superadas las objeciones.

Por otro lado, me permito señalar que la descripción de esta solicitud es clara y tiene como fin que la persona del oficio normalmente versada en la materia comprenda cuál es el problema técnico que se pretende resolver y la solución propuesta por la solicitud. En el presente caso, el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado con el propósito de reclamar una composición sólida hidratable con agua caracterizada mediante elementos concretos y su proceso de preparación definido mediante etapas y condiciones concretas, que encuentran pleno sustento en la descripción de la solicitud. Sin embargo, y pese a que la materia reclamada por la solicitud cuenta con sustento en la descripción de la invención, es esencial mencionar nuevamente que la tabla expuesta por el Examinador comprende compuestos ejemplificados, y se le recuerda al Examinador que los ejemplos de una solicitud de patente hacen parte de la descripción de la invención con el único propósito de explicar con precisión y de forma inequívoca el concepto desarrollado por la solicitud, más no obliga a los inventores a limitar los componentes de la composición explícitamente a la información consignada en los ejemplos.

En este sentido, atentamente solicito a ese Despacho retirar las anteriores objeciones ya que la materia ahora incluida en el Capítulo Reivindicatorio Modificado cuenta con sustento suficiente para que cualquier persona normalmente versada en la materia pueda reproducir la invención.

4. Novedad

i) El Examinador asegura que las reivindicaciones 1, 13 y 15 no son nuevas ya que el documento D1 divulga todas las características de la composición y proceso allí reclamados. De igual forma ocurre con las reivindicaciones 2, 4 a 12.

ii) A este respecto, me permito resaltar que las reivindicaciones 2, 4, 11, 12 han sido eliminadas del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Por lo tanto, considero superadas las objeciones a este respecto.

Por otro lado, en cuanto a la reivindicación 1, me permito señalar que la materia de las antiguas reivindicaciones 3, 11 y 12 ha sido incluida en la reivindicación 1 modificada, por lo que la reivindicación 1 ahora se refiere a:

“1. Una composición sólida hidratable con agua, destinada para la preparación de una composición acuosa que comprende un aglutinante con base en silano y titanato, dicha composición sólida se basa en un precursor de titanato y un silano que porta por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si de 50/50, estando dicha composición sólida en forma de polvo, con un tamaño de partícula que oscila entre 2 μ m y 3 μ m y donde la composición sólida se obtiene por deshidratación de una composición acuosa en la que se han introducido dicho titanato, dicho silano y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 15% en peso de solvente orgánico pesado, solvente iónico, o mezclas de los mismos, basado en el peso total de dicha composición acuosa.”

Considerando lo anterior, es más que evidente que D1 no contempla una composición sólida con un precursor de titanato y un silano con una relación molar Ti/Si de 50/50, y mucho menos que dicha composición sea en forma de polvo con un tamaño de partícula concreto ni tampoco que la misma es obtenida por deshidratación de una composición acuosa en la que se han introducido dicho titanato, dicho silano y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 15% en peso de solvente orgánico pesado, solvente iónico, o mezclas de los mismos. Si bien D1 se dirige a una composición, esta también contempla un precursor de zirconato, elemento que ha sido eliminado del Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta. Adicionalmente, es relevante mencionar que esta reivindicación comprende características de reivindicaciones previamente presentadas que no fueron objetadas por el Examinador, por lo que es indudable el carácter novedoso de la misma. Ahora bien, en cuanto a las reivindicaciones de proceso 13 y 15, me permito de igual forma mencionar que D1 no divulga las mismas características ahora consignadas en estas reivindicaciones.

Así, a este respecto me permito resaltar que la Guía de la Superintendencia de Industria y Comercio (SIC) establece que las invenciones revisten de novedad cuando la invención reivindicada no es idéntica a lo revelado en el estado de la técnica. En el presente caso, es evidente que las características esenciales de la composición y proceso habían sido reveladas en su totalidad por el arte previo citado por el Señor Examinador. Es más, de acuerdo con la Guía para el examen de patentes de invención y modelo de utilidad de la Superintendencia de Industria y Comercio, el señor Examinador *debe* “verificar

si la invención reivindicada es idéntica a lo revelado en el estado de la técnica, en cuyo caso se considera que no tiene novedad”, por lo tanto al considerar los argumentos anteriormente expuestos, la materia aquí reclamada en las reivindicaciones de producto y proceso es totalmente novedosa frente a las enseñanzas de dicha anterioridad.

Por otro lado, en cuanto a las reivindicaciones dependientes objetadas, me permito señalar de igual forma que éstas corresponden a reivindicaciones dependientes de reivindicaciones que comprende características novedosas no divulgadas por el arte anterior citado, por lo que son igualmente merecedoras del reconocimiento de novedad, ya que la reivindicación de la cual depende también lo es. 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.

5. Nivel Inventivo

i) Con referencia al nivel inventivo de la presente solicitud, me permito señalar que el Capítulo Reivindicatorio ha sido modificado de forma que la reivindicación 3 ha sido eliminada. Por consiguiente, amablemente solicito retirar las objeciones al respecto. Por otro lado, en cuanto a la reivindicación 14, me permito manifestar que no comparto los señalamientos expuestos por el Examinador ya que no hay motivación alguna para combinar las enseñanzas de D2 con D1 para llegar al proceso reclamado.

Particularmente, D1 se dirige a composiciones de revestimiento anticorrosión a base de partículas metálicas en dispersión acuosa que comprenden un titanato o zirconato orgánico compatible en fase acuosa o en fase orgánica, opcionalmente un aglutinante a base de silano, y agua (D1, párrafo [0001] de su descripción).

Asimismo, D1 también se refiere al revestimiento obtenido por aplicación de la composición acuosa, según la invención, a un sustrato, ventajosamente por pulverización, remojo-escurrido o remojo-centrifugación, sometándose entonces la capa de recubrimiento a una operación de cocción, preferentemente a una temperatura comprendida entre 180 °C y 350 °C, durante aproximadamente 10 a 60 minutos, por suministro de energía térmica, como por convección o infrarrojos, o durante aproximadamente 30 segundos a 5 minutos por inducción (D1, párrafo [0056]).

Este recubrimiento se encuentra en forma sólida. Pero en vista de los objetivos/ usos de este recubrimiento: sustratos de recubrimiento anticorrosión, adhesivos (párrafos [0075]-[0076] de D1), este recubrimiento obviamente no es rehidratable con agua.

Lo anterior es confirmado mediante los resultados de resistencia a la corrosión presentados en los ejemplos de D1. Según estos ensayos, el revestimiento se expone a una niebla de una solución salina al 5%, se aclara con agua y se seca. Dichos resultados muestran que los recubrimientos según D1 siguen siendo resistentes a la corrosión después de este tratamiento. En vista de esto, es más que claro que los revestimientos según D1 **no son hidrables con agua.**

Por otro lado, me permito destacar que las composiciones acuosas ejemplificadas en D1 comprenden más del 5 % de dipropilenglicol, por lo que no podrían dar lugar **a composiciones sólidas rehidrables** de acuerdo con la presente invención.

Además, la composición del ejemplo 10 de D1 no corresponde a las composiciones según la presente invención ya que su relación molar Ti/Si no está en el rango establecido por la reivindicación 1 modificada de 50/50.

En vista de lo anterior, me permito resaltar que, en primer lugar, un experto en la materia que pretenda preparar composiciones rehidratables sólidas **no se habría visto obligado a buscar una solución en D1 que no se refiere a composiciones rehidratables.**

Por lo tanto, un experto en la materia que pretenda preparar composiciones sólidas rehidratables no habría deducido de D1 que tales composiciones sólidas hidratables pueden obtenerse por deshidratación de una composición acuosa que **comprende una relación molar específica Ti/Si de 50/50 y de 0,5 a 5 % en peso, basado en el peso total de dicha composición acuosa, de solvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos.** Adicionalmente, tal paso de deshidratación no puede ser comparable con un paso de horneado a alta temperatura como el realizado en D1.

Por otro lado, me permito señalar que el dipropilenglicol (DPG) mencionado por D1, tiene una temperatura de ebullición de 230,5°C (superior a la temperatura del agua). Por lo que, si la composición comprende una cantidad demasiado grande de DPG, el producto obtenido después de la deshidratación **no sería un polvo sino una pasta** (ver LI7, LI8, ver el ejemplo 3 Tabla 8 de la presente solicitud). Sin embargo, la reducción de la cantidad de DPG en las composiciones tampoco hubiese sido obvia para una persona versada en la materia, ya que esto también conduce a la **reducción de las afinidades entre los demás ingredientes de estas composiciones** (metales, precursores inorgánicos, aditivos orgánicos, entre otros).

Así las cosas, es relevante señalar que los inventores de la presente solicitud logran obtener composiciones sólidas rehidratables en agua estables eligiendo una cantidad apropiada y no obvia (0.5 a 5% en peso) de solvente orgánico pesado, un líquido iónico o mezclas de los mismos, lo que conduce a una solución que no se deduce obviamente del arte previo citado. Por el contrario, las composiciones acuosas ejemplificadas en D1 comprenden al menos un 13,64 % de dipropilenglicol (DPG), y su relación molar Ti/Si no es 50/50, por lo que no conducirían a una composición sólida rehidratable en agua como lo requiere la presente solicitud.

Además, el Capítulo Reivindicatorio Modificado ha sido restringido a las composiciones aglutinantes que conducen a polvos (ver LI2 a LI6 ver Ejemplo 1 Tabla 2 y Ejemplo 2 Tabla 6 de la presente solicitud). Por lo tanto, no es evidente para un experto en la materia obtener una composición sólida rehidratable en agua a partir de las composiciones acuosas descritas en D1.

Por otro lado, D1 menciona la cohidrólisis del titanato y/o zirconato orgánico y el silano, sin embargo, si bien este es un paso preliminar para preparar la composición acuosa de revestimiento (véanse los Ejemplos 4 y 10 de D1), dicho proceso no corresponde a la rehidratación del agua en el sentido que la presente solicitud lo expone. Particularmente, en la presente invención, la cohidrólisis, si la hay, tendría lugar antes y no después de la deshidratación. Por lo tanto, una persona experta en la técnica no estaría motivada por la cohidrólisis descrita por D1 para deshidratar y luego rehidratar la composición de revestimiento.

Así, debe enfatizarse que, solo cuando está presente una enseñanza explícita o implícita de que una composición acuosa como la descrita en D1 puede deshidratarse y luego rehidratarse con agua con éxito, es posible que las características distintivas, como la relación Ti/Si y la cantidad de disolvente orgánico pesado, líquido iónico o mezclas de los mismos, puedan representar características que un experto podría derivar de la lectura de D1. No obstante, en ausencia de la expectativa de éxito, una persona experta en la técnica no intentaría modificar las enseñanzas de D1, cuando este no proporciona enseñanzas concretas y comparables a las de la composición o proceso de esta invención.

Así, es más que claro que la presente solicitud de patente cumple con todos los requisitos de patentabilidad.

ii) Ahora bien, en cuanto al D2 me permito señalar que éste se dirige a una composición acuosa basada en silano y sol de sílice. D2 ha sido citado por el Examinador porque menciona un diámetro medio de 40-200 nm, pero el párrafo de dicho documento dirigido a esta característica se enfoca en: *“líquidos ligeramente turbios a opalescentes”* y no a una composición sólida. Por lo que, D2 no sugiere una composición sólida rehidratable en agua como se requiere por la presente solicitud, ni mucho menos un proceso que derive en dicha composición.

En este sentido, es más que evidente que D2 no subsana las inconstancias de D1, ya que en particular D2 no enseña, sugiere o tan siquiera motiva a una persona versada en la materia a introducir del 0,5 al 5 % 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 tendría motivación alguna en buscar una solución alternativa en este documento como lo sugiere el Examinador.

Así las cosas, en este punto me permito resaltar la Guía de la SIC establece que en la etapa de evaluar si la invención reivindicada, partiendo del estado de la técnica cercano y del problema técnico objetivo, habría sido obvia para la persona medianamente versada en la materia ***“consiste en responder a la pregunta de si en el estado de la técnica en su conjunto hay un segundo documento que contiene una enseñanza que indicaría (no sólo que podría indicar, sino que indicaría) a la persona medianamente versada en la materia, enfrentada al problema técnico, cómo modificar o adaptar el estado de la técnica más cercano para resolver el problema, de la forma reivindicada”***. Por lo tanto, el análisis de nivel inventivo de solicitudes de patente, no se trata de encontrar en el arte previo una simple invitación a experimentar con uno o más cambios aleatorios, sino de identificar en los documentos citados una enseñanza y guía específica para hacer las modificaciones necesarias y no otras que lo lleven con certeza a la materia reclamada, que tal y como se encuentra definida en el Capítulo Reivindicatorio Modificado y adjunto al presente memorial de respuesta, difiere de gran forma de las enseñanzas del arte anterior citado.

Teniendo en cuenta lo anterior, nada en las enseñanzas de D1 o D2 podrían derivar en la materia tal y como se encuentra reclamada en el Capítulo Reivindicatorio Modificado adjunto a este memorial de respuesta. Por lo tanto, D2 no puede remediar las deficiencias de D1.

Es más, aceptar el estándar de nivel inventivo del Señor Examinador y de la SIC, donde supuestamente la persona normalmente versada en la materia estaría motivada a incorporar las enseñanzas de D2 en el producto y/o proceso de D1, pasando por alto todo lo anteriormente mencionado: propiedades, características, etapas, entre otras características de la composición sólida hidratable con agua y del proceso para preparar la misma. Lo anterior, equivaldría a destruir el objetivo principal del sistema de patentes, que es precisamente fomentar la investigación y desarrollo de mejoras incrementales. Así las cosas, es necesario resaltar que la tecnología y las invenciones eventualmente avanzan y dichos avances se plasman en las mejoras específicas a lo que se ya conoce. Lo anterior además quiere decir que el resultado inventivo no podría ser desarrollado sin algún grado de experimentación o que presente resultados inesperados.

Consecuentemente, el análisis de nivel inventivo no puede ser basado en un estándar “*posible de alcanzar*”, debido a que esto haría que toda invención fuera no patentable.

En conclusión, 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 D1 y D2, la persona medianamente versada en la materia no obtendría la materia reclamada, ni podría esperar que ésta presentase las propiedades que en efecto reviste.

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.

iii) 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 Corregido
- 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 hidratable con agua, destinada para la preparación de una composición acuosa que comprende un aglutinante con base en silano y titanato, dicha composición sólida se basa en un precursor de titanato y un silano que porta por lo menos una función hidrolizable a una función hidroxilo con una relación molar Ti/Si de 50/50, estando dicha composición sólida en forma de polvo, con un tamaño de partícula que oscila entre 2 μm y 3 μm y donde la composición sólida se obtiene por deshidratación de una composición acuosa en la que se han introducido dicho titanato, dicho silano y agua, comprendiendo dicha composición acuosa de 0,5 a 15% en peso de solvente orgánico pesado, solvente iónico, o mezclas de los mismos, basado en el peso total de dicha composición acuosa.
2. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el precursor de titanato es un titanato orgánico seleccionado de tetraalquil titanatos de $\text{C}_1\text{-C}_8$.
3. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque el silano porta adicionalmente una función epoxi.
4. La composición sólida de conformidad con la reivindicación anterior, caracterizada además porque el silano se selecciona de beta-(3,4-epoxiciclohexil)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.
5. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque, se basa adicionalmente en tetraetil ortosilicato.
6. La composición sólida de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada además porque se obtiene por deshidratación de una composición acuosa en donde dicho silicato ha sido introducido.
7. La composición sólida de conformidad con la reivindicación anterior, caracterizada además porque se obtiene por deshidratación de dicha composición acuosa que comprende entre 25% y 55.6% en peso de agua, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de manera ventajosa por lo menos 32% en peso de agua.

8. 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 precursor de titanato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, como se define en cualquiera de las reivindicaciones 4 a 7.

9. El proceso de conformidad con la reivindicación anterior, caracterizado además porque la deshidratación se lleva a cabo por medio de liofilización, zeodración, evaporación al vacío o secado por pulverización.

10. Un proceso para preparar una composición acuosa que comprende un aglutinante de silano y titanato, que comprende un paso de hidratar una composición sólida de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 o que se obtiene por el proceso de cualquiera de las reivindicaciones 8 y 9.

**AGLUTINANTES DESHIDRATADOS EN FORMA SÓLIDA, MÉTODO DE PRODUCCIÓN DE
LOS MISMOS Y MÉTODO PARA REHIDRATARLOS**

La presente invención se refiere a aglutinantes deshidratados en forma sólida, un
5 proceso para obtener los mismos y su rehidratación para la preparación de una composición acuosa
que comprende un aglutinante.

Los aglutinantes son conocidos los cuales se utilizan en particular para la preparación
de composiciones acuosas para la preparación de recubrimientos anti-corrosión.

Por ejemplo, el Solicitante describió en su solicitud WO2005/078026 una composición
10 de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal a base de metal en partículas en dispersión
acuosa que comprende un titanato orgánico o zirconato compatible en fase acuosa u orgánica,
opcionalmente un aglutinante a base de silano, y agua.

La invención ahora proporciona aglutinantes deshidratados que, en particular, reducen
el volumen de almacenamiento e incrementan la vida del aglutinante de sol-gel.

15 La invención tiene como su primer objeto una composición sólida hidratable en agua
destinada para la preparación de una composición acuosa que comprende un aglutinante con base en
silano y titanato y/o zirconato, dicha composición sólida se basa en 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+Zr)/Si que oscila de 10/90 a 60/40.

20 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 de
zirconato de Zr. De manera ventajosa, la composición sólida se basa en un precursor titanato de
Ti.

Para los fines de la presente invención, "precursor" significa un reactivo químico que
25 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
o con los otros precursores, incluyendo precursores de silicio silano y silicato, para formar un
30 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
formar un aglutinante.

35 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.

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

10 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 composición o durante o durante la cocción posterior, modificando la composición tal como se prepara
15 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. En una modalidad particular, la composición sólida se obtiene por deshidratación de una composición acuosa. La composición sólida es rehidratable con
20 agua y se puede utilizar en particular 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 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,
25 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 en dispersión acuosa, destinada para aplicarse a un sustrato, en particular un sustrato metálico, y luego someterse a una operación de cocción con el fin de proporcionar el recubrimiento. La composición de recubrimiento consiste en la composición sólida rehidratada, opcionalmente un
30 metal en partículas y opcionalmente otros compuestos agregados a esta composición.

Para los fines de la presente invención, el "recubrimiento" por lo tanto se obtiene al 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
35 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.

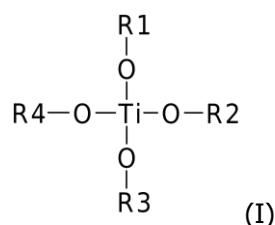
La fuente de Ti es de manera ventajosa un titanato orgánico. La fuente de Zr es de manera ventajosa un zirconato orgánico.

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.

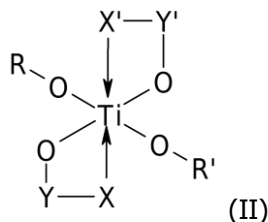
En una primera modalidad preferida, el titanato orgánico se selecciona de tetraalquil titanatos de C₁-C₁₀, de manera ventajosa tetraalquil titanatos de C₁-C₈. Se pueden representar por la siguiente fórmula (I):



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):

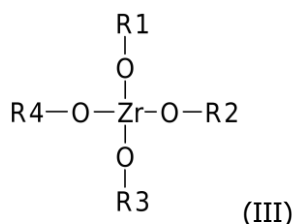


- 5 en donde R y R' representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, preferiblemente de C₁-C₈ X y X' representan independientemente un grupo funcional que comprende un átomo de oxígeno o nitrógeno, y Y y Y' representan independientemente una cadena hidrocarburo que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

10 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).

- 15 El precursor de zirconato es de manera ventajosa 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):

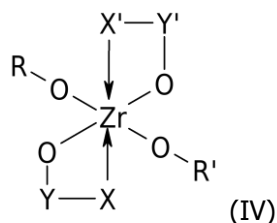


- 20 en donde R1, R2, R3 y R4 representan independientemente un radical alquilo de C₁-C₁₀ opcionalmente sustituido, preferiblemente de C₁-C₈. El tetra-C₁-C₁₀-alquil zirconato, de manera ventajosa tetra-C₁-C₈-alquil zirconato, se selecciona de manera ventajosa del grupo que consiste en tetra-n-propil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

25 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 entre los quelatos de zirconato compatibles en fase acuosa, que pueden representarse de manera ventajosa por la

siguiente fórmula general (IV):



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). Un ejemplo de zirconato orgánico en una forma de quelato que es compatible en fase acuosa es el quelato de zirconato-ácido láctico comercializado por Dorf Ketal bajo el nombre YZOR® LAZ.

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.

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.

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 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-
 5 dietilfosfatoetil) trietoxi silano, viniltriethoxisilano, 3-Aminopropiltriethoxisilano, metilmetacrilato trimetoxisilano, metil metacrilato triethoxisilano y mezclas de los mismos.

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).

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

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 al vacío. De
 15 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 agua como el solvente predominante, en peso.

En la presente invención, dicha composición acuosa comprende ventajosamente por lo menos 25% en peso, con base en el peso total de dicha composición acuosa, de agua, de manera
 20 más ventajosa por lo menos 32% en peso de agua.

La composición acuosa se basa de manera ventajosa en 20 al 40% en peso, de manera más ventajosa 20 al 34% 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,
 25 pueden reaccionar/reaccionarán entre sí para formar nuevos compuestos, entonces se hablará en cantidad de elementos de Si.

La composición acuosa se basa ventajosamente en 0 al 5% en peso, más ventajosamente 0 al 3.5% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho silicato. Esta cantidad también corresponde a la cantidad de dicho de silicato introducido durante la
 30 preparación de la composición acuosa.

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 5 y 15%, de manera ventajosa entre 6 y 11% en peso con base en el peso total de la composición sólida.

La composición acuosa se basa ventajosamente en 2 al 55% en peso, más
 35 ventajosamente en 9 al 25% en peso, con base en el peso total de la composición acuosa, de dicho

precursor de titanato, dicho precursor de zirconato o mezclas de los mismos. Esta cantidad corresponde a la cantidad introducida de dicho precursor de titanato, dicho precursor de zirconato o su mezcla 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) y/o el elemento de Zr (masa atómica = 91 g/mol) está ventajosamente entre 1.5 y 35%, de manera ventajosa entre 2.5 y 30% 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 1.5 y 16%, ventajosamente entre 2.5 y 15% en peso con base en el peso total de la composición sólida.

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, dicha composición acuosa comprende del 0.5 al 15% 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 266.645 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, ventajosamente con agitación, para dar una composición acuosa que comprende un
 5 aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato). Este aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato) se puede utilizar posteriormente, por ejemplo, para la preparación de una composición de recubrimiento.

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

10 La rehidratación se realiza al agregar agua, de manera ventajosa bajo agitación. Además del agua, un solvente orgánico pesado o un líquido iónico también se puede agregar, en proporciones en peso que corresponden con aquéllas descritas arriba para la composición acuosa inicial, de manera ventajosa en una cantidad menor o igual al 15% en peso, oscilando de este modo del 0% al 15% en peso, con base en el peso total de la mezcla de agua + (solvente orgánico pesado,
 15 líquido iónico y mezclas de los mismos). La cantidad de agua, y opcionalmente de 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
 20 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 objetivo varía de manera ventajosa de 10 a 35%, de
 25 manera más ventajosa de 20 a 25%.

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

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
 30 una composición acuosa basada en dicho precursor de titanato y/o dicho precursor de zirconato, dicho silano, opcionalmente dicho silicato, y agua, como se definió arriba.

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
 35 eliminación gradual de agua del producto previamente congelado por sublimación.

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.

5 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.

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

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.

15 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 2500 Pa.

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
20 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 .

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
25 un paso de reducir el tamaño de las partículas de polvo, por ejemplo, por medio de una acción mecánica.

Esta acción opcional en 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.

30 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.

35 La preparación de una composición sólida, fácilmente rehidratable, permite en

particular reducir los volúmenes de almacenamiento. También se permite incrementar el tiempo de vida del aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato) 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 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 pesado 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, oscilando de este modo del 0% al 15% 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 de 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. 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 10 a 35%, de manera más ventajosa de 20 a 25%.

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

La composición acuosa rehidratada que comprende el aglutinante que se basa en silano y titanato y/o zirconato es particularmente adecuada para la preparación de una composición de recubrimiento anti-corrosión para partes de metal con base en metal en partículas en dispersión acuosa como se describe en la solicitud WO2005/078026.

En particular, dicha composición de recubrimiento comprende un metal en partículas.

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 menor que 100 μm , incluso de manera más ventajosa menor que 40 μm .

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 representa menos del 10% 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 de recubrimiento no excederá aproximadamente el 40% en peso del peso total de la composición de para mantener la mejor apariencia del recubrimiento y generalmente será por lo menos del 10% en peso para lograr un recubrimiento brillante.

La composición de recubrimiento ventajosamente comprende del 10 al 40% en peso, con base en el peso total de la composición de recubrimiento, de dicho metal en partículas.

Esta composición de recubrimiento 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 a un sustrato, en particular un sustrato metálico, de manera ventajosa al pulverizar, drenar por inmersión o centrifugar por inmersión, la capa 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 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 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).

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, 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

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 de gel (GPC)

Las condiciones del análisis son las siguientes:

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

La medición de un tiempo de flujo con una copa consistométrica tipo DIN 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 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:

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:

Los tornillos de prueba limpios generalmente se revisten sumergiéndolos en la composición de recubrimiento, eliminando y escurriendo el exceso de composición, a veces con agitación moderada. Los paneles de prueba limpios normalmente se revisten por medio de la aplicación

de la barra de Conway. Las partes de prueba entonces se someten a curado inmediato (180°C a 310°C) o secado a temperatura ambiente o pre-curado a una temperatura moderada hasta que el recubrimiento está seco al tacto y luego se cura (180°C to 310°C). Los pesos de recubrimiento (g/m²) se determinan por medio de pesaje comparativo antes y después del recubrimiento.

5

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. Una puntuación de 9 corresponde a: 1 a 10 puntos localizados de óxido rojo.

EJEMPLO COMPARATIVO 1

Liofilización de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores basados únicamente en Si

15

350 mL de aglutinantes de diferentes composiciones, LC1 a LC5, se liofilizaron sucesivamente, después de la congelación previa en nitrógeno líquido, en un matraz de fondo redondo de 1-litro. 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 o líquido. Los aglutinantes LC1 y LC3 se sometieron a dos liofilizaciones sucesivas de 24 horas.

20

Las composiciones LC3 a LC5 se destilaron antes de la liofilización para eliminar etanol residual y el azeótropo de agua/etanol de las reacciones de monómero por evaporación, y luego se agregó agua para obtener la misma cantidad de materia seca final.

Los polvos y líquidos viscosos obtenidos se almacenaron durante 1 mes a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

25

La composición de los aglutinantes LC1 a LC5 se da en el siguiente Cuadro (% en masa introducido* en comparación con el peso inicial total):

CUADRO 1

	LC1	LC2	LC3	LC4	LC5
Glicidoxipropiltriétoxosilano	26	26	26	26	26
Tetraetil ortosilicato	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5
Dipropilen glicol	0	10	0	5	10
Agua	67.5	57.5	67.5	62.5	57.5
Paso de evaporación antes de la liofilización	no	no	sí	sí	sí
% en masa del etanol residual antes de la	19	18	3	2.5	2

lío-filización después de la reacción de los monómeros					
--	--	--	--	--	--

**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, 6 y 8.*

Las pruebas de rehidratación de los aglutinantes LC1 y LC3, sin dipropilen glicol, luego se intentaron sin éxito. El polvo aglutinante de Si resultante no es rehidratable. En los aglutinantes que comprenden dipropilen glicol, LC2, LC4 y LC5, se obtiene un líquido más o menos viscoso. Esto es diluible con agua pero conduce a un polímero inestable. De hecho, las gráficas de GPC muestran una falta de estabilidad del peso molecular.

Cabe señalar que independientemente del contenido de masa del etanol residual antes de la liofilización, la liofilización es factible.

15

EJEMPLO 1

Liofilización de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores a base de Si y Ti, enriquecida con Ti

350 mL de aglutinantes de diferentes composiciones, LI1 a LI2, se liofilizaron sucesivamente, después de la congelación previa en nitrógeno líquido, en un matraz de fondo redondo de 1-litro. 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 que posteriormente se molió en un polvo fino con un tamaño de partícula que oscila de aproximadamente $2\text{ }\mu\text{m}$ a unos pocos mm.

Las composiciones LI1 y LI2 se sometieron a destilación antes de la liofilización con el fin de eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol resultante de las reacciones de monómero, y luego se agregó agua con el fin de obtener la misma cantidad de materia seca final.

Los polvos obtenidos se almacenaron durante 2 a 3 semanas a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

La composición de los aglutinantes LI1 y LI2 se da en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

CUADRO 2

	LI1	LI2
Glicidoxipropiltrietoxisilano	22.2	22.2
Tetra-isopropoxitanato	22.2	22.2
Dipropilen glicol	0	5
Agua	54.6	49.6
Aditivo	1	1

En LI1 o LI2, la relación molar Ti/Si es 50/50. Antes de la liofilización, el contenido de materia seca es 22% en peso.

5 El polvo del aglutinante LI2, cuya composición inicial contiene dipropilen glicol, 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. El aglutinante de este modo obtenido se denomina LI'2.

La rehidratación del polvo del aglutinante LI1, que inicialmente no contenía dipropilenglicol, tardó más. El aglutinante resultante se denominó LI'1.

10 Después de la rehidratación, los espectros de GPC de los aglutinantes LI'1, LI'2 son equivalentes a aquéllos de los aglutinantes LI1, LI2: los pesos moleculares se estabilizan.

15 Los baños se hicieron con el aglutinante LI2 o con el aglutinante LI'2 (B2 y B'2 respectivamente), con la adición de 28.4% en peso de zinc seco y 1.87% en peso de polvo Alu Chromal VIII® comercializado por Eckart Werke (materia seca de Al: 80% en peso), con base en el peso total del baño, aditivos, y agua como solvente. Las materias secas de los baños B2 y B'2 son del 39%.

La estabilidad de los baños B2 / B'2 después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 3

	B2	B'2
Viscosidad DIN4 (seca) a los 30 días, 20°C	35	36
pH, a los 30 días, 20°C	9	9

- Los aglutinantes LI2 y LI'2 se utilizaron para la preparación de recubrimientos anti-corrosión (película seca), respectivamente CR2 y CR'2. La composición del recubrimiento anti-corrosión (película seca) se da en el siguiente Cuadro (% de masa teórica * con relación al peso total):

CUADRO 4

	CR2	CR'2
Aglutinante L2	19	0
Aglutinante L'2	0	19
Zn	70.7	70.7
Al	3.7	3.7
Aditivos	6.6	6.6

- * Los porcentajes en peso que se dan en este Cuadro 4 corresponden a los porcentajes en peso calculados considerando que la materia seca del aglutinante es 22% en peso y que solo se cuentan los aditivos no volátiles.

Los rendimientos de la resistencia de la pulverización de la sal obtenidos son similares, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 5

	CR2	CR'2
Espesor del recubrimiento (μm)	11	11.5
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a $t = 0$ Nota 10 /9	504/840	336/552

EJEMPLO 2

Liofilización de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores a base de Si y Ti, enriquecida con Ti

- 250 mL de aglutinantes de diferentes composiciones, LI3, LI4, LI5 y LI6, se liofilizaron sucesivamente, después de la congelación previa en nitrógeno líquido, en un matraz de fondo redondo de 1-litro. 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 que posteriormente se molió en un polvo fino con un tamaño de partícula que oscila de aproximadamente 2 μm a unos pocos mm.

Las composiciones LI3 y LI6 se sometieron a destilación antes de la liofilización con el

fin de eliminar por evaporación el etanol residual y el azeótropo de agua/etanol resultante de las reacciones de monómero, y agua y solvente del 1 al 5% (DPG/EL/CCU) entonces se agregaron para obtener la misma cantidad de materia seca final.

Los polvos obtenidos se almacenaron durante 2 días a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

La composición de los aglutinantes LI3, LI4, LI5 y LI6 se da en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

CUADRO 6

	LI3	LI4	LI5	LI6
Glicidoxipropiltriethoxisilano	22.2	22.2	22.2	22.2
Tetra-isopropoxitanato	22.2	22.2	22.2	22.2
Dipropilen glicol (DPG)	1	3	0	0
Lactato de etilo (EL)	0	0	0	5
Cloruro de colina urea (CCU)	0	0	5	0
Agua	53.6	51.6	49.6	49.6
Aditivo	1	1	1	1

En LI3 o LI4 o LI5 o LI6, la relación molar Ti/Si es 50/50. Antes de la liofilización, el contenido de materia seca es 22% en peso.

Los polvos del aglutinante LI3 o LI4 o LI5 o LI6, se rehidrataron 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 de partida. Los aglutinantes de este modo obtenidos se denominan LI'3, LI'4, LI'5, LI'6, respectivamente. Después de la rehidratación, los espectros de GPC de los aglutinantes LI'3, LI'4, LI'5, LI'6 son equivalentes a aquéllos de los aglutinantes LI3, LI4, LI5, LI6: los pesos moleculares se estabilizan.

Los aglutinantes LI3, LI4, LI5, LI6, LI'3, LI'4, LI'5, LI'6 se utilizan para hacer baños con la misma composición como en el Ejemplo 1, los aglutinantes LI2 o LI'2 se reemplazan por los aglutinantes en este ejemplo.

La estabilidad de los baños después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente si el aglutinante utilizado es un aglutinante inicial (LI3, LI4, LI5) o un aglutinante obtenido mediante el proceso de acuerdo con la invención (LI'3, LI'4, LI'5). Los baños hechos del aglutinante LI6 no son estables mientras que son estables cuando el aglutinante es LI'6.

Los aglutinantes LI3, LI4, LI'3, LI'4, LI'6 se utilizaron para la preparación de recubrimientos anti-corrosión, respectivamente CR3, CR4, CR'3, CR'4, CR'6, de la misma composición que en el Ejemplo 1, los aglutinantes LI2 o LI'2 se reemplazan por los aglutinantes de este ejemplo.

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

CUADRO 7

	CR3	CR4	CR'3	CR'4	CR'6
Espesor del recubrimiento (μm)	8.7	9.3	8.1	9.9	9.5
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a $t = 1$ mes, 20°C Nota 10/9	24/240	120/168	912/984	120/1584	1344/1344

EJEMPLO 3

5 **Liofilización de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores a base de Si y Ti**

0.8 litros del aglutinante LI7, distribuidos en 3 matraces de fondo redondo, y 1 litro de aglutinante LI8, distribuido en 4 matraces, se liofilizaron sucesivamente, después de la congelación
10 previa en nitrógeno líquido, en un matraz de 1 litro. La operación de liofilización, llevada a cabo a -80°C y a una presión de entre 10 Pa y 26 Pa, requirió 24 h para obtener un sólido/gel deshidratado.

Las composiciones LI7 y LI8 se destilaron 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.

15 Los polvos obtenidos se almacenaron durante 5 días a temperatura ambiente y a presión atmosférica.

La composición de los aglutinantes LI7 y LI8 se da en el siguiente Cuadro (% en masa introducido con relación al peso total inicial):

20

CUADRO 8

	LI7	LI8
Glicidoxipropiltrietoxisilano	28	28
Tetra etoxititanato	9.5	9.5
Tetraetil ortosilicato	1.5	1.5
Dipropilen glicol	5.4	12.0
Agua	55.6	49.0

En LI7 o LI8, la relación molar Ti/Si es 28/72. Antes de la liofilización, el contenido de sólidos es 22% en peso.

25 El sólido blando del aglutinante LI8 se endurece con el tiempo. Luego se rehidrató al agregar agua desmineralizada a una temperatura de 40°C a 60°C y bajo agitación, con el fin de obtener un líquido (LI'8) con la misma materia seca en peso que la composición líquida de partida.

El sólido del aglutinante LI7 que contiene la mitad de dipropilen glicol se rehidrata significativamente más lentamente, incluso a una temperatura de 40°C a 60°C .

Por lo tanto se puede ver que la adición del solvente orgánico pesado a la composición acuosa inicial con una menor cantidad molar del titanato facilita la rehidratación subsiguiente.

EJEMPLO 4

5 Evaporación al vacío de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores a base de Si y Ti

3640 g del aglutinante LI7, como se describió en el Ejemplo 3 pero no previamente destilado, se evaporó en un matraz Erlenmeyer durante 12.5 horas al vacío (2000 Pa) a una temperatura de baño de agua de 40°C-45°C para obtener un sólido/gel deshidratado.

El sólido blando del aglutinante LI7 se endurece con el tiempo. Luego se rehidrató después del almacenamiento durante 1 día a temperatura ambiente y presión atmosférica al agregar una mezcla de agua desmineralizada y dipropilenglicol (6.5% en peso de dipropilenglicol basado en el peso total de la mezcla de agua desmineralizada/dipropilenglicol) en 7 días a 20°C, con el fin de obtener un líquido con la misma materia seca en peso que la composición líquida de partida. El aglutinante de este modo obtenido con una composición idéntica a LI'8 se denomina LI''8.

Después de la rehidratación, el espectro de GPC del aglutinante LI''8 es equivalente al del aglutinante LI8: los pesos moleculares se estabilizan.

Los aglutinantes LI8, LI''8 se utilizan para hacer baños al agregar 28.4% en peso del zinc seco y 1.87% en peso del polvo Alu Chromal VIII® comercializado por Eckart Werke, con base en el peso total del baño, aditivos y agua como un solvente. Las materias secas de los baños B3 y B'3 son del 41.6 y 41.3% respectivamente.

La estabilidad de los baños después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente si el aglutinante utilizado es un aglutinante inicial (LI8) o un aglutinante obtenido mediante el proceso de acuerdo con la invención (LI''8).

Los aglutinantes LI8 y LI''8 se utilizaron para la preparación de recubrimientos anti-corrosión, CR8 y CR''8 respectivamente. La composición del recubrimiento anti-corrosión (película seca) se da en el siguiente Cuadro (% de masa teórica * con relación al peso total):

CUADRO 9

	CR8	CR''8
Aglutinante L8	26.2	0
Aglutinante L''8	0	26.2
Zn	61.6	61.6
Al	3.3	3.3
Aditivos	8.9	8.9

* Los porcentajes en peso que se dan en este Cuadro 9 corresponden a los porcentajes en peso calculados considerando que la materia seca del aglutinante es 22% en peso y que solo se cuentan los aditivos no volátiles.

5

Los rendimientos de la resistencia de la pulverización de la sal obtenidos son similares, como se muestra en el siguiente Cuadro:

CUADRO 10

	CR8	CR''8
Panel		
Peso del recubrimiento (g/m ²)	27.4	27.7
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a t = 0	1392	792
Nota 10		
Tornillo		
Peso del recubrimiento (g/m ²)	23.6	25.4
AS IS	1512	1224
CTV (choques mecánicos)	1056	1344
Cth (Choque térmico: 96 h a 180°C)	1512	1512
CTV+Cth (choque mecánico y térmico)	1176	624

10

EJEMPLO 5

Evaporación al vacío de una matriz aglutinante de sol/gel obtenida de precursores de Si y Ti, enriquecida con Ti

15

1 a 2 kg del aglutinante LI3 o LI4 o LI5, como se describió en el Ejemplo 2, se evaporó durante aproximadamente 2.5 a 4 h al vacío (2000 Pa) en el evaporador giratorio a 100 rpm a una temperatura de baño de agua de 40°C para obtener un sólido que se puede moler finamente.

20

Los polvos del aglutinante LI3 o LI4 o LI5 o LI6, se rehidrataron 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 de partida. Los aglutinantes de este modo obtenidos se denominan respectivamente LI''3, LI''4, LI''5, LI''6.

Después de la rehidratación, los espectros de GPC de los aglutinantes LI''3, LI''4, LI''5, LI''6 son equivalentes a aquéllos de los aglutinantes LI3, LI4, LI5, LI6: los pesos moleculares se estabilizan.

Los aglutinantes LI3, LI4, LI5, LI6, LI"3, LI"4, LI"5, LI"6 se utilizan para hacer baños con la misma composición como en el Ejemplo 1, los aglutinantes LI2 o LI'2 se reemplazan por los aglutinantes en este ejemplo.

- 5 La estabilidad de los baños después de un mes de almacenamiento a 20°C es equivalente si el aglutinante utilizado es un aglutinante inicial (LI3, LI4, LI5) o un aglutinante obtenido mediante el proceso de acuerdo con la invención (LI"3, LI"4, LI"5). Los baños hechos del aglutinante LI6 no son estables mientras que son estables cuando el aglutinante es LI"6

- 10 Los aglutinantes LI4, LI"4, LI"6 se utilizaron para la preparación de composiciones de recubrimiento anti-corrosión, respectivamente CR4, CR"4, CR"6, de la misma composición que se da en el Ejemplo 1, los aglutinantes LI2 o LI'2 se reemplazan por los aglutinantes de este ejemplo.

El rendimiento de la pulverización de la sal obtenido se da en el siguiente Cuadro:

CUADRO 11

	CR4	CR"4	CR"6
Espesor del recubrimiento (μm)	9.6	9.9	9.6
Resistencia de la pulverización de la sal (horas) a t = 1 mes, 20°C Nota 10/9	120/336	120/624	624/1056

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 aglutinante de silano/(titanato y/o zirconato), un método para producir dicha composición, y un método para producir una composición acuosa que comprende un aglutinante de silano / (titanato y/o zirconato) al hidratar dicha composición sólida.