

P - 38.401

Letter Nº 827

U. S. appln. 637.930

353798

12 JUL. 1968

Memoria descriptiva



12 JUL

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de CHANDEN COATINGS, INC.

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 1800 Broadway, Buffalo, Nueva York, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION POLIMERA"
(Clase Internacional C08g C09d)



Este invento se refiere a productos polímeros, a composiciones polímeras reticuladas formadas con ellos y a recubrimientos protectores que contienen estas composiciones polímeras reticuladas. Estos nuevos recubrimientos están especialmente destinados a proporcionar protección catódica a superficies metálicas.

Es bien sabido, que las superficies metálicas, en particular las superficies ferrosas, están sujetas a la corrosión y se han dedicado muchos esfuerzos de investigación al desarrollo de recubrimientos que puedan eliminar o aliviar apreciablemente este problema. Una práctica corriente de la técnica anterior ha consistido en recubrir las superficies de hierro con pinturas que contienen un óxido como pigmento, por ejemplo, el óxido de plomo o el dióxido de titanio, Ya que tales pigmentos se encuentran completamente oxidados, no están sujetos al ataque por los agentes atmosféricos y, por tanto, forman recubrimientos protectores sobre las superficies metálicas a las que se aplican. Estas pinturas, sin embargo, adolecen del grave defecto de que si la superficie de la misma se pica, se resquebraja o se rompe de cualquier manera, la superficie metálica subyacente se hace sensible al ataque por los agentes atmosféricos.

Una aproximación más reciente al problema de prevenir la corrosión de las superficies ferrosas, ha consistido en la aplicación de recubrimientos que proporcionan protección catódica. Estos recubrimientos contienen un metal pulverizado que se encuentra situado encima del hierro en la serie electromotriz y actúa basándose en el principio de que en un medio corrosivo, la corrosión tiene lugar



5 primeramente, sobre el metal que está situado más alto en la serie electromotriz. Esta acción catódica dirige, selectivamente, la corrosión hacia el recubrimiento, quedando, por tanto, protegida la superficie metálica ferrosa subyacente. Esta protección es efectiva aún cuando el recubrimiento se pique y alguna parte de la superficie metálica subyacente queda expuesta a la atmósfera.

10 Uno de los problemas básicos al utilizar este tipo de recubrimiento, reside en encontrar un vehículo satisfactorio que permita aplicar el recubrimiento como si se tratara de una pintura, o pulverizándolo, o por cualquiera de los demás métodos comerciales de aplicación, utilizados hasta ahora. Uno de tales recubrimientos de la técnica anterior, figura como ejemplo en la Patente
 15 de EE. UU. nº 3.056.684, que describe el uso de un ortosilicato de tetraetilo, parcialmente hidrolizado, como vehículo, al cual puede añadirse polvo de zinc, para formar un material de recubrimiento semejante a una pintura.

20 Es uno de los objetos de esta invención, el preparar composiciones polímeras reticuladas.

Otro de los objetos de esta invención, es el de proporcionar composiciones polímeras reticuladas a las que pueden añadirse polvos metálicos para formar una composición adecuada para recubrir superficies metálicas, en particular superficies ferrosas.
 25

El material de recubrimiento de esta Invención, se adhiere bien a las superficies ferrosas y forma sobre las mismas una capa lisa, seca y dura.

30 Según la presente invención, se proporciona una composición polímera que comprende los productos de reac-



ción formados por la interacción, sustancialmente completa, de (a) un éster, titanato de tetra-alcoholo, que tiene la fórmula general $Ti(OR)_4$ en la que R es un radical alcoholo de 1 a 12 átomos de carbono y (b) polímeros de bajo peso molecular bajo que resultan de la hidrólisis parcial de ortosilicato de tetraetilo, en un medio acuoso ácido que contiene menos de la cantidad estequiométrica de agua, calculada sobre la base del peso de dicho silicato.

La presente invención, proporciona también una composición de recubrimiento, polímera, reticulada, que comprende los productos de reacción formados por la interacción, sustancialmente completa de (a) un éster, titanato de tetra-alcoholo, que tiene la fórmula general $Ti(OR)_4$ en la que R es un radical alcoholo de 1 a 12 átomos de carbono y (b) polímeros de bajo peso molecular que resultan de la hidrólisis parcial de ortosilicato de tetraetilo, en un medio acuoso ácido que contiene menos de la cantidad estequiométrica de agua, calculada sobre la base del peso de dicho silicato, habiéndose liberado una parte, por lo menos, del alcohol en equilibrio con dichos productos de reacción.

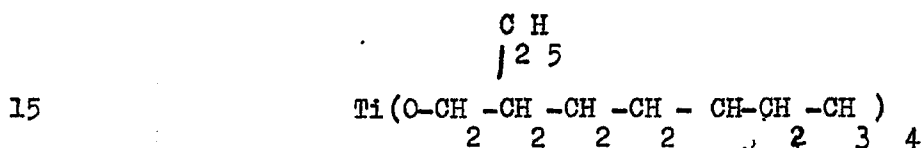
La presente invención proporciona, además, un método, para preparar una composición polímera, que comprende la interacción de (a), un éster, titanato de tetra-alcoholo, que tiene la fórmula general $Ti(OR)_4$ en la que R es un radical alcoholo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono con (b), los productos de reacción, polímeros de bajo peso molecular, que resultan de la hidrólisis parcial de ortosilicato de tetraetilo en un medio acuoso ácido que contiene menos de la cantidad estequiométrica de



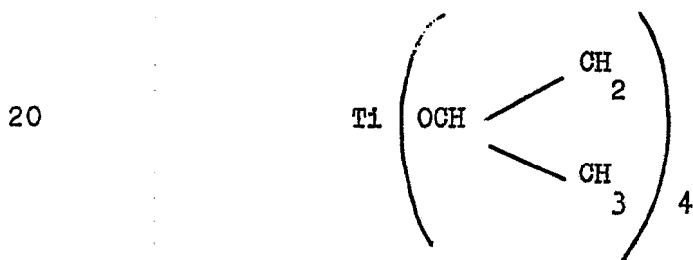
agua, calculada sobre la base del peso de dicho silicato.

Los ésteres, titanatos de tetra-alcoholo, empleados como sustancias reaccionantes iniciales, para la formación de las composiciones polímeras de esta invención, tienen la fórmula general $Ti (OR)_4$ en la que R es un radical alcoholo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono en el radical alcoholo.

Los ésteres, titanatos de tetra-alcoholo, que se ha encontrado particularmente adecuados para su empleo en la preparación de estas composiciones polímeras, son el titanato de tetrakis (2-etilhexilo), que tiene la fórmula



y el titanio de tetrakis isopropilo que tiene la fórmula:



Como es bien sabido, el ortosilicato de tetraetilo tiene por fórmula $Si (OC_2H_5)_2$ y sufre una hidrólisis parcial con agua en presencia de un ácido, dando lugar a polímeros de bajo peso molecular. Al realizar esta reacción, la cantidad de agua empleada debe ser menor de la cantidad estequiométrica, calculada sobre la base del peso del ortosilicato de tetraetilo, o de otra forma, el ortosilicato se hidrolizará totalmente y no se polimeriza-



rá. Se ha encontrado, habitualmente, que pueden utilizar-
se cantidades comprendidas entre 5 y 35 partes en peso de
agua, aproximadamente por 100 partes en peso de ortosili-
cato de tetraetilo. Para realizar la reacción de polime-
5 rización, el ortosilicato de tetraetilo se disuelve en
un vehículo adecuado, tal como etilenglicol monoetileter,
que expende la Dow Chemical Company con el nombre regis-
trado de Dowanol EE, alcoholes desnaturalizados o polie-
tilenglicoles. El pH de la solución se hace ácido median-
10 te adición de ácidos convencionales, como el ácido clor-
hídrico, y se mantiene en la zona comprendida entre 1 y 6
aproximadamente. La reacción es exotérmica y la tempera-
tura va en aumento hasta que la totalidad del soluto se
ha hidrolizado, en cuyo punto la temperatura permanece
15 constante durante un cierto periodo de tiempo y después
empieza a disminuir lentamente, lo que indica que la reac-
ción ha concluído. Esta reacción se completa, por lo gene-
ral, en menos de tres días.

El éster, titanato de tetra-alcoholo, se añade
20 al medio de reacción después de que se ha completado la
reacción de polimerización del ortosilicato. La cantidad
de titanato de tetra-alcoholo que se utiliza en la reac-
ción se encuentra comprendida, por lo general, entre el
0,1 y el 15 por ciento en peso, calculado sobre la base
25 del peso del ortosilicato de tetra-etilo empleado en la
reacción. La reacción se efectúa, generalmente, a tempe-
ratura ambiente o ligeramente superior a la ambiente. La
reacción prosigue suavemente y por lo general, se alcanza
el equilibrio entre 1 y 5 horas, aproximadamente. Durante
30 la reacción, el polímero del silicato reacciona con el



titanato para formar un polímero titanato-silicato y alcohol, en equilibrio. Si se deja que el alcohol escape del medio de reacción, la reacción prosigue hasta completarse y forma un polímero titanato-silicato reticulado.

5 En el equilibrio se forma un polímero titanato-silicato de baja magnitud molecular, que es soluble en etilenglicol monoetileter y tiene una viscosidad en solución, comprendida entre 1-5 centipoises, medida con un viscosímetro Brookfield.

10 El producto final formado al liberar al alcohol, es un polímero titanato-silicato reticulado, de elevada magnitud molecular, insoluble en etilenglicol monoetileter y en la mayor parte de los disolventes.

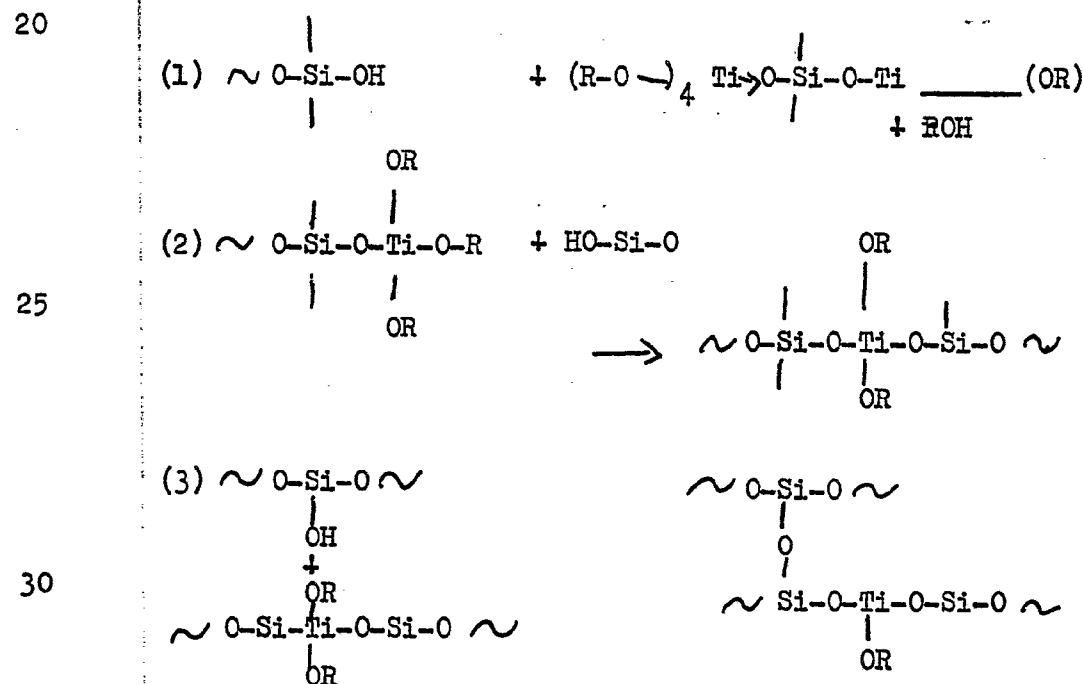
15 Durante la reacción de polimerización, se forma un gel que se observa con facilidad. A medida que se forma el polímero titanato-silicato, la viscosidad de la solución sufre un incremento muy lento con el tiempo. Sin embargo, a medida que la cadena polímera se extiende y el grado de reticulación aumenta, la viscosidad de la solución empieza a sufrir un incremento relativamente rápido con el tiempo. Esta elevación de la viscosidad se refleja en un aumento de la viscosidad de la solución y ello hace posible el sacar hilos del polímero, de la solución, cada vez más largos. En algún punto, durante la reacción, 20 tiene lugar la gelificación y es imposible sacar con posterioridad ningún hilo de la solución. El tiempo que se necesita para la gelificación es inversamente proporcional a la cantidad de titanato añadido.

30 Esta reacción puede efectuarse o bien en un sistema cerrado, o en uno abierto, en contacto con la



atmósfera, o en vacío. La reacción se verifica suavemente en contacto con la atmósfera, pero debe tenerse cuidado de controlar la cantidad de humedad presente, para que el ortosilicato no se hidrolice completamente. La reacción puede efectuarse en un sistema cerrado, pero en estas condiciones se necesita generalmente un período de varios días antes de alcanzar el punto de gelificación. En vacío, en el que el aire está excluido, pero en el que se eliminan subproductos volátiles de la polimerización, se desarrolla una capa de polímero, dura, entre hora y media y dos horas o ligeramente más. Un polímero de silicato sin titanato no forma capa en un período de tiempo comparable, en condiciones de reacción similares.

Aún cuando no se desea limitar por ninguna teoría, lo que respecta al mecanismo de la reacción o a la fórmula estructural del producto final resultante, se piensa que la reacción entre el ortosilicato de tetraetilo y el ester, titanato de tetra-alcoholo para formar el producto de reacción raticular, tiene lugar como sigue:



12 JU



5 Se ha encontrado que la adición de una pequeña cantidad de borato de trimetilo facilita la mezcla del ortosilicato de tetraetilo y el titanato. Se desconoce si el borato de trimetilo actúa como catalizador de la reacción o si, simplemente, tiene algún factor disolvente sobre el titanato. Se ha encontrado que es bastante adecuada, por lo general, una cantidad de borato de trimetilo comprendida entre 2 y 4 partes en peso, aproximadamente, calculada sobre la base del peso del titanato de tetra-alcoholo.

10

15 Cuando los polímeros titanato-silicato han de ser empleados en composiciones de recubrimiento, la reacción entre el titanato y el silicato se efectúa hasta que el polímero silicato-titanato está en equilibrio con el alcohol formado durante la reacción. Las condiciones de la reacción se mantienen de tal manera, que se impide que el alcohol, volátil, formado durante la reacción, escape. Esta solución de polímero titanato-silicato de bajo peso molecular puede emplearse, entonces, como vehículo para polvos metálicos tales como zinc, teniendo la mayor parte de las partículas tamaños comprendidos entre 1 y 15 micras aproximadamente. Por ejemplo, se ha encontrado que la adición de 7,25 Kgs. aproximadamente de zinc pulverizado a 2,26 kgs. aproximadamente de polímero titanato-silicato, forma una composición que puede aplicarse a las superficies ferrosas mediante pulverización o aplicación con brocha. Después de la aplicación a la superficie ferrosa, el alcohol presente en la composición se evapora y la reacción se completa y forma un polímero titanato-silicato reticular de peso molecular elevado que se adhie-

20

25

30

11 2 JUL



re firmemente a la superficie y produce una capa dura, lisa y seca.

5 Al preparar composiciones de recubrimiento, particularmente indicadas para su aplicación a superficies ferrosas, se emplean de 1 a 4 partes, aproximadamente, de una composición metálica pulverizada, por parte de composición de polímero. Además del polvo metálico que constituye la parte predominante de la composición metálica, pueden incorporarse, en la composición metálica, 10 otros ingredientes tales como arcilla atapulgita, pigmentos y mica.

15 Se ha descubierto que los polímeros titanato-silicato de esta invención, tienen muchas ventajas sobre los polímeros de ortosilicato de la técnica anterior. Por ejemplo, los polímeros titanato-silicato de esta invención, tienen curados más rápidos a humedades más bajas y no dependen de la humedad atmosférica para su curado, a diferencia de los polímeros de ortosilicato. Además se ha visto, que los polímeros titanato-silicato de esta invención, 20 dan mejor adhesión uniforme a causa de sus superiores propiedades de humedecimiento y permiten una mejor dispersión de los pigmentos, lo que dá por resultado, capas más lisas que las de los polímeros de ortosilicato.

25 Los siguientes ejemplos aclaran la invención y pueden hacerse modificaciones evidentes, sin apartarse del espíritu y del campo de la misma.

EJEMPLO 1

30 Se preparó una solución que contenía 100 g. de ortosilicato de tetraetilo disueltos en 100 g. de etilenglicol monoetiléter, y a esta solución se añadieron 11 g.

12 JUL



de una solución acuosa diluída de ácido clorhídrico (6
ml. de solución acuosa de ácido clorhídrico al 37%, por
litro de agua). La adición del ácido acuoso motivó el
que tuviera lugar una reacción exotérmica. La solución de
5 pre-polímero resultante, se dejó estar durante un periodo
de tres días aproximadamente, para asegurarse de que la
reacción había alcanzado el equilibrio. Después de este
tiempo, se añadieron 1,1 ml. de borato de trimetilo y
después 1,0 ml. de titanato de tetra-(2-etilhexilo) y la
10 reacción se efectuó en una vasija abierta. Tuvo lugar una
polimerización adicional y se obtuvo un polímero curado en
el espacio de un día.

EJEMPLO 2.

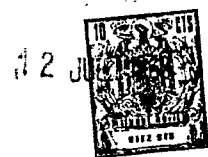
Siguiendo la forma de proceder del Ejemplo 1,
15 se añadieron 5,0 ml. de titanato de tetra-(2-etilhexilo)
y la reacción se efectuó en una vasija abierta. Tuvo lu-
gar una polimerización adicional y se obtuvo un polímero
curado en el espacio de un día.

EJEMPLO 3

20 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se aña-
dieron 10 ml. de titanato de tetra-(2-etilhexilo) y se
efectuó la reacción en una vasija abierta. Tuvo lugar una
polimerización adicional y se obtuvo un polímero curado en
el espacio de un día.

25 EJEMPLO 4

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se
añadieron 15 ml. de titanato de tetra-(2-etilhexilo) y se
efectuó la reacción en una vasija abierta. Tuvo lugar una
polimerización adicional y se obtuvo un polímero curado
30 en el espacio de un día.



EJEMPLO 5

5 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se añadieron 20 ml. de titanato de tetra-(2-etilhexilo) y se verificó la reacción en una vasija abierta. La reacción no dió una capa de polímero adecuada.

EJEMPLO 6.

10 Este Ejemplo demuestra el efecto que tiene la adición de cantidades crecientes de titanato, sobre el grado de polimerización.

A porciones de 100 ml. de una solución de reserva de polímero de ortosilicato, se añadieron las siguientes cantidades, pesadas de éster, titanato de tetra-alcoholo (TOT).

15	<u>Muestra</u>	<u>Peso: TOT</u>	<u>TOT Moles/litro</u>
	1	0,930 g.	1,65 x 10 ⁻²
	2	1,859	3,39
	3	3,705	6,59
	4	7,413	13,15

20 Estas soluciones se mezclaron y calentaron en un baño de temperatura constante, mantenido a 60,0 - 60,1^o C. La viscosidad fué registrada a diversos intervalos de tiempo, señalados por t. (t. = tiempo de mezclado). Estos resultados están indicados en la Tabla I.



TABLA I MUESTRA

1	2		3		4		5		
	\bar{x} (seg)	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	
9,600	3.8	9.700	4.0	9.900	4.8	10.000	5.2	10.200	5.4
16,500	3.6	16.000	4.6	15.700	5.4	15.300	6.6	12.500	5.8
19,650	4.0	18.800	5.4	19.100	6.4	18.700	8.0	14.900	7.2
24,700	4.2	24.300	6.6	24.000	8.6	23.600	11.0	18.300	8.2
33,900	4.8	32.600	8.6	32.300	17.6	31.800	24.0	21.900	11.2
								23.300	12.2
								26.400	17.2
								28.700	24.0
								31.400	42.0

TABLA I MUESTRA

<u>1</u>		<u>2</u>		<u>3</u>		
<u>t</u> (seg)	<u>u</u> (aps)	<u>t</u>	<u>u</u>	<u>t</u>	<u>u</u>	<u>t</u>
9.600	3.8	9.700	4.0	9.900	4.8	10.000
16.500	3.6	16.000	4.6	15.700	5.4	15.300
19.650	4.0	18.800	5.4	19.100	6.4	18.700
24.700	4.2	24.300	6.6	24.000	8.6	23.600
33.900	4.8	32.600	8.6	32.300	17.6	31.800

MUESTRA



53

		<u>4</u>			<u>5</u>
<u>u</u>	<u>t</u>	<u>u</u>	<u>t</u>	<u>u</u>	
4.8	10.000	5.2	10.200	5.4.	
5.4	15.300	6.6	12.500	5.8	
6.4	18.700	8.0	14.900	7.2	
8.6	23.600	11.0	18.300	8.2	
17.6	31.800	24.0	21.900	11.2	
			23.300	12.2	
			25.400	17.2	
			28.700	24.0	
			31.4 ⁰ 0	42.0	



Esta claro según se desprende de estos datos, que la viscosidad es función de la concentración del titanato de tetra-alcoholo y que, cuando se aumenta la concentración de titanato, la viscosidad de la solución aumenta.

EJEMPLO 7

La fórmula siguiente representa una fórmula típica de los materiales que pueden utilizarse en la formación de las composiciones polímeras de esta invención.

10

15

Ortosilicato de tetraetilo	100 partes
Etilenglicol monoetileter	100 "
Agua	11 "
HCl (37%)	0,08 "
Borato de trimetilo	4,22 "
Titanato de tetra-C-2-etilhexilo)	4,30 "

20

25

Se mezclan primeramente el ortosilicato de tetraetilo y el etilenglicol monoetil éter. El ácido clorhídrico y el agua se mezclan entonces, y esta mezcla se añade a la de ortosilicato de tetraetilo y disolvente. Entonces se deja estar la mezcla total durante unos tres días, a temperatura ambiente, con objeto de permitir la hidrólisis parcial del ortosilicato. Se añaden después el borato de trimetilo y el titanato de tetra (2-etilhexilo) a la solución polímera de ortosilicato y se deja que la reacción prosiga hasta alcanzar el equilibrio.

30

Se añaden entonces, lentamente a la solución de polímero, titanato-silicato, con agitación, una composición de polvo de zinc que tiene la siguiente fórmula típica.



02 03

	Zinc en polvo	87 partes
	Dióxido de silicio	3 "
	Agente espesante arcilloso	2 "
	Mica-grafito	4,5 "
5	Pigmento	1 "
	Fibras de asbesto	2,5 "

Después de agitar, la composición se aplica a superficies ferrosas como recubrimiento protector.

10 EJEMPLO COMPARATIVO

Con objeto de poner de manifiesto las diferencias de propiedades entre las composiciones polímeras titanato-silicato de esta invención y los polímeros de ortosilicato, se efectuó la siguiente experiencia. Se prepararon dos composiciones:

15 La composición A, que es una composición de esta Invención, se preparó como sigue:

Se mezclaron 3,3 partes en peso de una preparación de polvo de zinc con 1 parte en peso de una solución parcialmente hidrolizada silicato de etilo y titanio, que
 20 contenía un pequeño porcentaje de borato de trimetilo. Se mezcló mecánicamente durante 10 minutos.

La composición B, que es una composición de silicato, se preparó como sigue:

25 Se mezclaron 3,3 partes en peso de una preparación de polvo de zinc de idéntico lote al empleado en la Composición "A" con 1 parte en peso de una solución de silicato de etilo, parcialmente hidrolizada. Se mezcló mecánicamente durante 10 minutos.

30 Se observó, en ambas soluciones, la uniformidad de mezcla, la viscosidad y la sedimentación de sólidos.



dos. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	<u>Composición A</u>	<u>Composición B</u>	
5	Uniformidad de mezcla	excelente	Flota, rápidamente, pigmento verde en la parte superior de la mezcla.
	Viscosidad	250 cps.	210 cps.
10	Sedimentación de sólidos (30 minutos)	Muy pequeña	Considerable
		Aprox. 5%	Aprox. 40%

Es evidente, según estos resultados, que la composición B tenía una dispersión mala, como lo indica el pigmento verde que flotaba sobre la parte superior de la composición. La viscosidad más elevada de la Composición A, indica una mejor uniformidad de la mezcla. La sedimentación de sólidos en la composición B, es un inconveniente, ya que durante la aplicación del material a una superficie, es necesario una agitación constante para asegurar el depósito, en la capa, de la cantidad adecuada de sólidos.

Una plancha de acero, tratada con chorro de arena, de 15,2 x 6,45 cm. se pulverizó con la composición A. Una plancha idéntica se pulverizó con la Composición B. Después de la pulverización cada plancha se colocó en un refrigerador a temperatura de 1,7°C y humedad relativa del 50%. La temperatura y la humedad fueron comprobadas con termómetro e hidrómetro.

Se comprobó en las planchas la capacidad de



12 JUL

pulverización, agrietamiento, color, curado y dureza. Los resultados de los ensayos de cada una de estas propiedades fueron los siguientes:

	Plancha recubierta con la Comp. A	Plancha recubierta con la Comp. B
5		
Capacidad de pulverización:	Excelente con 0,2 mm. aplicados y sin colgar.	Excelente, sin embargo a 0,15 mm. el recubrimiento cuelga.
10		
Agrietamiento	No se aprecian signos de agrietamiento a 0,2 mm.	Se aprecian signos de agrietamiento a 0,15 mm.
15		
Color	Color verde pálido, uniforme, excelente.	Gris intenso con un ligero tono verde,
20		
Curado (1,7°C y 50% de humedad relativa)	Libre de rugosidad en 60 minutos. Duro en 9 horas. Después de 24 horas el curado se aceleró rápidamente y no hubo grietas visibles a 0,18-02 mm.	Libre de rugosidad en 45 minutos. Duro en 6 horas. Duro, pero más blando que A, con grietas que van en aumento. La capa mostró que continuaba el curado a velocidad más baja que en A.
25		
30		

12 JU



Ensayo del cuchillo	Capa dura y difícil de levantar.	La capa fué fácilmente levantada.
---------------------	----------------------------------	-----------------------------------

5

10

15

20

25

Los resultados de los ensayos indican que la composición A exhibe mejores propiedades de humedecimiento que la Composición B y la capa no colgaba para un mismo espesor de capa que la Composición B, que colgaba de mala manera. La diferencia en el color entre plancha recubierta con la Composición A y la recubierta con la composición B, indica que la dispersión de la Composición A fué muy superior. El agrietamiento de la composición B a menos espesor de capa, fué visible a simple vista. Cuando tal agrietamiento tiene lugar, la aplicación debe levantarse y volverse a recubrir la superficie. Aún cuando la Composición A endureció más lentamente, al desecar a baja temperatura, alcanzó su curado en un intervalo de 24 horas. Por otra parte, la Composición B dió una capa quebradiza, que continuaba curándose, como puso de manifiesto el ensayo del cuchillo.

Esta solicitud que ha sido presentada en Estados Unidos de América, el 12 de Mayo de 1.967, Nº 637930 se acoge a los beneficios del artº 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

8.7.68

12



N O T A

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de invención en España por VEINTE años son los siguientes:

10

1.-Un método para preparar una composición polímera, que se caracteriza por hacer reaccionar (a) un éster, titanato de tetra alcoholo, de fórmula general $Ti(OR)_4$ en la que R es un radical alcoholo que tiene de 1 a 12⁴ átomos de carbono, con (b) los productos de reacción, polímeros de bajo peso molecular, que resultan de la hidrólisis parcial de ortosilicato de tetraetilo, en un medio acuoso ácido que contiene menos de la cantidad estequiométrica de agua, calculada sobre la base del peso de dicho silicato.

15

20

2.-Un método, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de emplear, para obtener dicho componente (b), entre 5 y 35 partes en peso, aproximadamente, de agua por 100 partes en peso de dicho silicato.

25

3.- Un método, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por el hecho de escoger dichos ésteres, titanatos de tetra alcoholo, entre el titanato de tetrakis etilhexilo y el titanato de tetrakis isopropilo.

30

4.- Un método, según la reivindicación 1, 2 ó 3, caracterizado por el hecho de realizar la reacción de los componentes (a) y (b) en presencia de una pequeña cantidad de borato de trimetilo.

5.-Un método según cualquiera de las reivindicaciones

12 J



ciones 1- 4, caracterizado por el hecho de permitir que continúe dicha reacción de los componentes (a) y (b), hasta que se forma un polímero titanato - silicato, que está en equilibrio con el alcohol producido.

5

6.- Un método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 - 5, caracterizado por el hecho de dispersar una sustancia pulverulenta metálica, preferiblemente zinc, en la solución de polímero titanato - silicato, de bajo peso molecular.

10

7.-Un método para preparar una composición polímera.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid, 12 JUL. 1968

P. A.

Alvaro de Elizaga
Por Fianza