



456980 A1

10 ES	11 NUMERO
21	
22	FECHA DE PRESENTACION
	18 MAR. 1977

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C23C	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
54 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO DE ENVASE UNICO.		
71 SOLICITANTE (S) STAUFFER CHEMICAL COMPANY.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Westport, Connecticut, EE.UU. de A.		
72 INVENTOR (ES) Hossein Hayati, Russell S. Towers.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE COMEZ-ACEBO Y MODET.		

RECEIVED
- 2 DIC. 1977

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar una composición de vehículo, particularmente una composición de vehículo que contiene sólidos particulados y, más particularmente, se relaciona con un procedimiento para preparar una composición de vehículo, cargada con zinc, en un solo paquete, que cuando se aplica a una superficie metálica, impartirá protección galvánica a la misma.

Los revestimientos protectores cargados con zinc han sido utilizados para proteger superficies metálicas, particularmente superficies férreas, contra la corrosión. Por ejemplo, la Patente USA No. 3.056.684 de Lopata describe un revestimiento cargado con zinc que utiliza, como vehículo, un ortosilicato de tetraetilo parcialmente hidrolizado. En la Patente USA No. 3.730.743 de McLeod, se describen revestimientos protectores cargados con zinc para cuya preparación se incorpora polvo de zinc en una composición de vehículo obtenida a partir de la hidrólisis y condensación de un polisilicato de alquilo. Cuando estos vehículos se mezclan con zinc y se aplican a una superficie, el revestimiento resultante fragua o seca en pocas horas. Sin embargo, si el zinc se añade al vehículo en el momento del envasado, la reactividad del zinc con el vehículo causa la gelación en el espacio de unas horas, traduciéndose en una "vida en almacenamiento" inaceptablemente corta.

Muchos de los revestimientos protectores cargados con zinc, de un solo envase o paquete, preparados hasta el presente, tienen un problema secundario con el desprendimiento de gas. En tales formulaciones, se genera un gas, aparentemente hidrógeno, en el recipiente, cuando se almacena a temperatura ambiente durante periodos que superan los dos meses aproximadamente. Un intento para solucionar el problema de desprendimiento

de gas en el revestimiento cargado con zinc, de un solo paquete, consiste en envasar el material en un recipiente que tenga una válvula de liberación de presión que permita el escape de hidrógeno. Sin embargo, dicha desviación de los procedimientos de envasado convencionales es indeseable, requiriendo recipientes especializados y complicando el proceso de fabricación. En adición, dicho intento implica un peligro de seguridad ya que a través de la válvula de liberación de presión pueden escapar disolventes inflamables evaporizados.

Otras composiciones de revestimiento ricas en zinc, que contienen una sílice coloidal practicamente no acuosa suspendida en un disolvente orgánico, cloruro de zinc y polvo de zinc, ha sido descrita en la Patente USA No. 3.615.730 de Law. Se ha encontrado que estos revestimientos tienen ciertas desventajas, por ejemplo son estables solamente durante periodos de hasta 1 mes.

De este modo, ha sido imposible preparar las composiciones de revestimiento de silicato, cargadas con zinc, en un solo envase, descritas anteriormente, que sean estables en periodos de hasta varios meses y que produzcan revestimientos de igual calidad que los revestimientos producidos por esta invención.

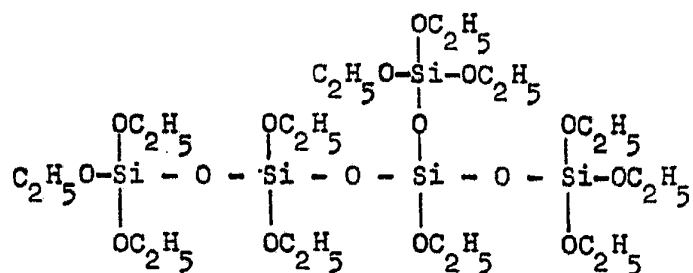
Por consiguiente, constituye un objeto de esta invención un procedimiento para preparar una composición de vehículo. Otro objeto de esta invención consiste en preparar una composición de revestimiento de envase único que contiene metales catodicamente activos. Otro objeto de esta invención consiste en preparar una composición de revestimiento, cargada con zinc, de envase único, para sustratos ferrosos. Aún otro objeto de esta invención consiste en preparar una composición de revesti-

miento, cargada con zinc, de envase único, que está sustancialmente libre de desprendimiento de hidrógeno.

Otro objeto más de esta invención consiste en preparar una composición de revestimiento, cargada con zinc, de un solo envase, que proporciona un revestimiento de alta resistencia a la abrasión sobre un sustrato férreo en el espacio de 1 a 24 horas y que tiene una "vida en almacenamiento" de por lo menos 4 meses.

Se ha encontrado ahora que puede prepararse un revestimiento protector de envase único, superior, a partir de un vehículo que contiene un polisilicato de alquilo que ha sido hidrolizado a un nivel de 50 a 65%, cloruro de zinc y un disolvente orgánico. El vehículo resultante se combina con un metal catódicamente activo y, si se desea, con cargas, y se aplica a sustratos férreos para formar un revestimiento protectorio sobre los mismos.

El polisilicato de alquilo útil en esta invención es un polisilicato de alquilo preferiblemente polisilicato de etilo, consistente en una mezcla de polisilicatos de etilo que tienen aproximadamente 40% de sílice disponible y que contienen una media de 5 átomos de silicio por molécula aproximadamente. Se puede derivar de la hidrólisis controlada de silicato de tetraetilo. La fórmula del polisilicato de etilo se puede representar del siguiente modo:



Información adicional para la preparación de los

5 productos de hidrólisis parcial de los compuestos de organo-
silicio monoméricos descritos anteriormente, puede encontrarse
en el artículo de H.D. Hogan y C.A. Setterstrom titulado
"Ethyl Silicates" en Industrial and Engineering Chemistry,
Volúmen 39, página 1364, No. 11 (1947).

10 La composición de vehículo se prepara mezclando
el polisilicato de etilo con suficiente agua y catalizador
ácido para hidrolizar el polisilicato de etilo en un nivel de
50 a 65 %, en presencia de un disolvente orgánico que tenga un
punto de ebullición de 80 a 250°C aproximadamente. Se ha encon-
trado que el nivel de hidrólisis resulta crítico para propor-
cionar una composición de revestimiento de envase único que
tenga la dureza, "vida en almacenamiento" y "vida en caldero"
deseadas. Si el nivel de hidrólisis del polisilicato de alquilo
15 es inferior al 50 % aproximadamente, la dureza de lapicero del
revestimiento resultante, después de 1 hora, es inferior a 4B
y, después de 24 horas, la dureza de lapicero es de aproxima-
damente F. Cuando el nivel de hidrólisis del polisilicato de al-
quilo supera el 65 % aproximadamente, la dureza de lapicero del
20 revestimiento resultante, después de 1 hora, es de 3B aproxima-
damente y, después de 24 horas, de 6H aproximadamente; sin em-
bargo, la "vida en caldero" de la composición de revestimiento
es de solamente dos días y la vida en almacenamiento es de solo
10 días aproximadamente.

25 El término "nivel de hidrólisis" o "grado de hi-
drólisis" se refiere a la cantidad de agua que es necesaria
para hidrolizar de 50 a 65 % de los grupos alcoxi enlazados a
los átomos de silicio, calculados sobre la base del ortosilicato
de tetraetilo. De este modo, cuando se utiliza un polisilicato
30 de alquilo, la cantidad de agua necesaria para proporcionar un

nivel de hidrólisis de 50 a 65 %, oscila entre 0,08 y 0,21 moles de agua por mol de grupos alcoxi sobre el polisilicato de alquilo.

5 Aunque no es esencial, es preferible que se utilice un disolvente en la preparación de la composición de vehículo de esta invención. Ejemplos de disolventes preferidos son los éteres de punto de ebullición elevado, tales como monoalquilenglicolmonoalquiléteres, dialquilenglicolmonoalquiléteres, dialquilenglicoldialquiléteres y los monoalquilenglicoldialquiléteres. Otros disolventes que se pueden utilizar son las cetonas tales como acetona; alcoholes tales como etanol, isopropanol, butanol, hexanol, alcohol de diacetona; glicoles tales como etilenglicol y polialquilenglicoles; disolventes hidrocarbonados tales como hexano, heptano, benceno, tolueno, xileno; 10 disolventes de hidrocarburos clorados y sus mezclas. El tiempo de secado, la viscosidad y similares se pueden ajustar mediante una elección adecuada de disolventes o mezclas de los mismos.

15 La relación de disolvente a polisilicato de alquilo está sujeta a una amplia variación en función de las características deseadas del aglutinante acabado. De este modo, la relación puede residir dentro de los límites de 0,5:1 a 10:1 aproximadamente.

20 Si bien la cantidad de ácido necesario para la hidrólisis del polisilicato de alquilo no es crítica, es preferible que esté presente suficiente ácido para proporcionar un pH de 1 a 6,5 aproximadamente y más preferiblemente de 1,4 a 5,5 aproximadamente. Ácidos inorgánicos adecuados que se pueden utilizar son ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido fluorhídrico. Estos ácidos se pueden utilizar solos o en combinación.

30 Igualmente, se pueden utilizar ácidos orgánicos

monobásicos y dibásicos así como cloruros, nitratos, sulfatos metálicos y sales metálicas de ácidos carboxílicos, en donde el metal es un miembro seleccionado de los grupos II, III y IV de la Tabla Periódica. Ejemplos de ácidos orgánicos adecuados son ácido acético, ácido butírico, ácido caprónico, ácido cáprico, ácido palmítico, ácido oléico, ácido oxálico, ácido fumárico, ácido crotónico, ácido acrílico, ácido maléico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido subérico y ácido sebácico. Otros ácidos orgánicos que pueden ser empleados son ácido benzóico, ácido toluenosulfónico, ácidos alquilfosfóricos en los cuales los grupos alquilo contienen de 1 a 4 átomos de carbono y ácidos carboxílicos halogenados.

Preferiblemente, el citado polisilicato puede disolverse en un disolvente orgánico y a continuación añadirse suficiente agua, preferiblemente agua acidificada, para proporcionar una gama de hidrólisis de 50 a 65 %. De este modo se obtiene la composición de vehículo. La temperatura de hidrólisis no es crítica y puede oscilar entre 25 y 80°C aproximadamente y con preferencia entre 30 y 50°C aproximadamente.

La composición de vehículo se prepara añadiendo cloruro de zinc al hidrolisato en una cantidad de 3 a 5,5 % aproximadamente y más preferiblemente de 3,5 a 5 % aproximadamente, en peso, basado en el peso total del hidrolisato (silicato hidrolizado y disolvente orgánico).

Se prepara una composición de revestimiento mezclando la composición de vehículo descrita anteriormente con sólidos particulados finamente divididos, por ejemplo metales catódicamente activos, tal como polvo de zinc y, si se desea, cargas, y a continuación se agita en presencia de una atmósfera inerte durante por lo menos media hora. La composición de revestimien-

to se aplica a sustratos metálicos para impartir protección galvánica a los mismos. Otros metales catódicamente activos que pueden emplearse son aluminio y magnesio. Las cargas o extendedores que se pueden utilizar en estos revestimientos son los óxidos metálicos tales como óxido de plomo, óxido de hierro, 5 alúmina, dióxido de titanio, fosforo de di-hierro y similares. Con frecuencia, es deseable utilizar, en lugar del polvo de metal puro, una mezcla de polvo metálico y una carga adecuada tal como metasilicato de calcio y magnesio o minerales que 10 contienen el mismo. Igualmente, se pueden incorporar con el polvo metálico, tal como polvo de zinc, en estas composiciones de revestimiento, otras cargas, particularmente cargas minerales fibrosas, tales como asbestos, sílice, arcillas refinadas, talco fibroso, metasilicato de calcio fibroso, yeso y similares. 15 Otros materiales que pueden incluirse en las composiciones de revestimiento, son pigmentos tales como cromato de zinc, sulfuro de cadmio y la mayoría de las litoponas.

La relación de vehículo a sólidos particulados constituye principalmente una materia de preferencia o de las 20 especificaciones a satisfacer. Generalmente, la relación de vehículo a sólidos particulados, es decir metal catódicamente activo y carga, está dentro de la gama de 70:30 a 10:90, sobre una base en peso. Sin embargo, cuando no se incluye una carga en la composición, tal como los citados metasilicatos de calcio y magnesio, entonces la relación de vehículo a metal catódicamente 25 activo es con preferencia de 10:90 a 50:50 aproximadamente, sobre una base en peso. Generalmente, estos revestimientos se pueden curar a temperatura ambiente en el espacio de 1 a 24 horas aproximadamente; sin embargo, si se desea, los revestimientos se pueden curar por calentamiento a temperaturas que 30

oscilan entre 40°C y valores tan elevados como 500°C aproximadamente. Evidentemente, a estas temperaturas elevadas, el tiempo de curado se reducirá sustancialmente.

5 Los revestimientos preferidos conformes a la presente invención, tienen un punto de inflamabilidad de 27 a 65,5°C aproximadamente (método de la copa abierta conificada) y una vida en caldero que satisface las normas de prácticamente cualquier campo de aplicación. Con frecuencia, es deseable añadir más disolvente orgánico a estas composiciones de revestimiento, para 10 formar revestimientos de película delgada sobre sustratos metálicos. Estas composiciones diluídas son particularmente adecuadas como "primers de taller", es decir son especialmente adaptables para utilizarse como primers de pre-construcción para proporcionar protección a planchas de acero antes de su incorporación en una estructura, tal como un barco. La estructura acabada se puede revestir entonces con la composición de revestimiento más concentrada de esta invención. Estas composiciones de revestimiento se pueden aplicar a un sustrato metálico limpio, mediante pintura, pulverización u otras técnicas convencionales 20 conocidas. Las mismas exhiben una excelente adhesión tras la aplicación y, en ciertos casos, se pueden aplicar con éxito a las superficies de acero limpias sin chorrear con arena previamente. Se ha conseguido una buena adherencia a superficies galvanizadas mojadas. Estas composiciones de revestimiento no 25 congelarán ni los revestimientos se afectarán de modo adverso por fuerte luz solar en climas tropicales. Los revestimientos muestran una resistencia muy buena a la pulverización de sales, combustibles y disolventes orgánicos. Estos revestimientos pueden pigmentarse fácilmente, por lo que se pueden utilizar sin 30 ninguna sobrecapa.

Las composiciones de revestimiento de esta invención tienen propiedades bastante únicas, es decir se pueden formular en un sistema de envase único, almacenarse durante periodos de al menos 6 meses sin formación de gel y están prácticamente libres de formación de gases.

La invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos, en los cuales todas las partes se ofrecen en peso a menos que se diga lo contrario.

EJEMPLO 1

(a) Se prepara un hidrolisato añadiendo lentamente, con agitación, 22,5 partes de agua desionizada a un reactor que contiene 1.000 partes de silicato de etilo "40", 1.177 partes de etilenglicol monoetiléter y 3 partes de cloruro de zinc y a continuación se agita la mezcla de reacción durante 2 horas aproximadamente a una temperatura de hasta unos 60°C.

A unas 1.000 partes del hidrolisato preparado anteriormente, se añaden unas 40 partes de cloruro de zinc y la mezcla se calienta durante 2 horas a 45°C, con agitación, para formar una composición de vehículo.

(b) Se prepara entonces una composición de revestimiento mezclando 241 partes de la composición de vehículo preparada anteriormente con 21 partes de "Celite 499", 3 partes de "Bentone 27" y 735 partes de polvo de zinc (2 a 7 micras) con agitación, en una atmósfera inerte, durante media hora, y se aplica a continuación a un sustrato de acero ligeramente cho-rreado con arena. Después de secar a una humedad relativa del 50 % a 25°C, el revestimiento se ensaya después de 1 hora y de nuevo después de 24 horas con respecto a la dureza, de acuerdo con el ensayo de dureza convencional. En este ensayo, se utiliza una mina de lapicero que tiene diversos grados de dureza

correspondientes a la escala 6B, 4B, 3B, F, H, 2H, 3H, 4H, 5H, etc. Estos valores representan un incremento progresivo de dureza. La mina del lapicero se mantiene en un ángulo de 45° con respecto al revestimiento de zinc a medida que se deposita sobre el panel de acero y se aplica una fuerza moderada hasta que se retira el revestimiento. Las propiedades, por ejemplo dureza, "vida en almacenamiento" y "vida en caldero" se ilustran en la siguiente tabla. La "vida en almacenamiento" y la "vida en caldero" se determinaron a 25°C.

EJEMPLO 2

(a) Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) excepto que se añaden 48 partes de agua a un reactor que contiene 1.115 partes de etilenglicolmonoetiléter, 1.000 partes de silicato de etilo "40" y 3 partes de cloruro de zinc. A unas 1.000 partes del hidrolisato así formado se añaden unas 40 partes de cloruro de zinc y la mezcla se calienta durante 2 horas a 45°C, para formar una composición vehículo.

(b) Se prepara una composición de revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que se utiliza la composición vehículo preparada en el ejemplo 2(a) en lugar de la composición vehículo preparada en el ejemplo 1(a). La composición se aplica a un panel de acero y se determina el valor de dureza después de secar durante 1 hora y de nuevo después de 24 horas a una humedad relativa del 50 % y una temperatura de 25°C. Las propiedades se ilustran en la siguiente tabla.

EJEMPLO 3

(a) Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) excepto que se añaden 60 partes de agua a un reactor que contiene 1.140 partes de etilenglicolmonoetiléter, 1.000 partes de silicato de etilo "40" y 3 partes de cloruro de

zinc.

Se prepara una composición vehículo añadiendo unas 40 partes de cloruro de zinc a unas 1.000 partes del hidrolisato preparado anteriormente.

5 (b) Se prepara una composición de revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que se utiliza la composición vehículo preparada en el ejemplo 3(a) en lugar de la composición vehículo preparada en el ejemplo 1(a). La composición se aplica a un panel de acero y se determina la dureza
10 después del secado durante 1 hora y de nuevo después de 24 horas a una humedad relativa del 50 % y una temperatura de 25°C. Las propiedades se ilustran en la siguiente Tabla.

EJEMPLO 4

15 (a) Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) excepto que se añaden 72 partes de agua a un reactor que contiene 1.128 partes de etilenglicolmonoetiléter, 1.000 partes de silicato de etilo "40" y 3 partes de cloruro de zinc.

20 El hidrolisato resultante se mezcla entonces con cloruro de zinc en una relación de 40 partes de cloruro de zinc por cada 1.000 partes del hidrolisato, para formar una composición vehículo.

25 (b) Se prepara una composición de revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que la composición vehículo preparada en el ejemplo 4(a) se utiliza en lugar del vehículo del ejemplo 1(a). El revestimiento se aplica a un panel de acero y se determina la dureza después del secado durante 1 hora y de nuevo después de 24 horas a una humedad relativa del 50 % y una temperatura de 25°C. Las propiedades de la composición
30 de revestimiento se ilustran en la siguiente Tabla.

EJEMPLO 5

5 (a) Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) excepto que se añaden 96 partes de agua a un reactor que contiene 1.096 partes de etilenglicolmonoetiléter, 1.000 partes de silicato de etilo "40" y 3 partes de cloruro de zinc, para formar un hidrolisato.

10 El hidrolisato resultante se mezcla entonces con cloruro de zinc en una relación de 40 partes de cloruro de zinc por cada 1.000 partes del hidrolisato, para formar una composición de vehículo.

15 (b) Se prepara una composición de revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que la composición vehículo preparada en el ejemplo 5(a) se utiliza en lugar del vehículo del ejemplo 1(a). El revestimiento se aplica a un panel de acero y se determina la dureza después del secado durante 1 hora y de nuevo después de 24 horas a 50 % de humedad relativa y 25° de temperatura.

Las propiedades se ilustran en la siguiente Tabla.

EJEMPLO 6

20 (a) Con fines comparativos, se prepara una composición de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) en donde se mezclan 1.000 partes de silicato de etilo "40" con 1.200 partes de etilenglicolmonoetiléter y 3 partes de cloruro de zinc.

25 La composición resultante se mezcla luego con cloruro de zinc en una relación de 40 partes de cloruro de zinc por cada 1.000 partes de la composición, para formar un vehículo.

30 (b) Se prepara un revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que se utiliza la composición vehículo preparada en el ejemplo 6(a) en lugar del vehículo del ejemplo 1(a).

La composición se aplica a un panel de acero y se determina la dureza después del secado durante 1 hora y de nuevo después de 24 horas a una humedad relativa del 50 % y una temperatura de 25°C. Las propiedades se ilustran en la siguiente Tabla.

5 EJEMPLO 7

(a) Con fines comparativos, se prepara una composición vehículo de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a) excepto que se omiten las 40 partes de cloruro de zinc.

10 (b) Se prepara luego una composición de revestimiento de acuerdo con el ejemplo 1(b) excepto que se utiliza la composición vehículo preparada en el ejemplo 7(a) en lugar del vehículo del ejemplo 1(a). La composición se aplica a un sustrato de acero y se determinan las propiedades de acuerdo con el
15 ejemplo 1(b). Las propiedades se ilustran en la siguiente Tabla.

EJEMPLO 8

(a) Con fines comparativos, se mezclan 20 partes de cloruro de zinc con el hidrolisato preparado de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a).

20 (b) La composición vehículo resultante se mezcla entonces con polvo de zinc de acuerdo con el ejemplo 1(b), excepto que se utiliza la composición vehículo preparada en el ejemplo 8(a) en lugar del vehículo del ejemplo 1(b). La composición se aplica a un sustrato de acero. Las propiedades de la composición de revestimiento se muestran en la siguiente Tabla.

25 EJEMPLO 9

(a) Se prepara un hidrolisato mezclando 1.000 partes de un silicato de etilo "40" con 1.220 partes de etilenglicolmonoetiléter, 44 partes de agua y 3 partes de cloruro de zinc de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a).

A unas 1.000 partes del hidrolisato preparado anteriormente, se añaden 124 partes de cloruro de zinc y la mezcla se calienta a 45°C durante 2 horas con agitación, para formar una composición vehículo.

5 (b) Se prepara una composición vehículo añadiendo 735 partes de polvo de zinc "2 a 7 micras", 25 partes de "Celite 499" y 3 partes de "Bentone 27" a unas 241 partes de la composición vehículo preparada en 9(a) anterior y se agita durante media hora en una atmósfera inerte. Las propiedades de
10 la composición de revestimiento resultantes se ilustran en la siguiente Tabla.

EJEMPLO 10

(a) Con fines comparativos, se prepara un hidrolisato mezclando 1.500 partes de ortosilicato de tetraetilo con
15 655 partes de etilenglicolmonoetiléter, 154 partes de agua y 3 partes de cloruro de zinc de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1(a). A unas 1.000 partes de la composición de hidrolisato se añaden 40 partes de cloruro de zinc y la mezcla se calienta a 45°C durante 2 horas con agitación,
20 para formar una composición de vehículo.

(b) Se prepara una composición de revestimiento añadiendo 21 partes de "Celite 499", 3 partes de "Bentone 27" y unas 735 partes de polvo de zinc (2 a 7 micras) a unas 241 partes de la composición vehículo preparada en 10(a) anterior
25 y se agita durante media hora en una atmósfera inerte. Las propiedades del revestimiento resultante se ilustran en la siguiente Tabla.

T A B L A

Ejem plo No.	Moles H ₂ O/ Moles alcoxi	Grado de hidrólisis (%)	Cloruro de zinc (%)	Dureza		"Vida en cal dero" (días)	Vida en almace- namiento (composi- ción ve- hículo)	Vida en almacena- miento (composi- ción de re- vestimiento)
				1 Hr.	24 Hr.			
1.	0,08	50	4,0	4B	5H	30	> 4 meses	> 4 meses
2.	0,17	60	4,0	3B	6H	30	> 4 meses	> 4 meses
3.	0,21	65	4,0	3B	6H	25	> 4 meses	> 3 meses
4.	0,25	70	4,0	3B	6H	2	> 4 meses	10 días
5.	0,33	80	4,0	3B	6H	2	10 días	2-3 días
6.	0,00	40	4,0	4B	F	30	> 4 meses	> 4 meses
7.	0,08	50		6B	6B	30	> 4 meses	> 4 meses
8.	0,08	50	2,0	6B	F	30	> 4 meses	> 4 meses
9.	0,15	58	5,4	6B	2H	30	> 4 meses	> 4 meses
10.	0,29	59*	4,0	6B	3H	30	> 4 meses	> 4 meses

* ortosilicato de tetraetilo.

A partir de la Tabla anterior podrá observarse que las composiciones de revestimiento, conteniendo cloruro de zinc y polisilicato de etilo, que han sido hidrolizadas a un nivel de 5 50 a 65 %, tienen una "vida en almacenamiento" superior a 3 meses, mientras que las composiciones de revestimiento similares en las cuales el polisilicato de etilo se hidroliza a un nivel de por lo menos 70%, tienen una "vida en almacenamiento" de sola- 10 mente 10 días o menos. En adición, la Tabla muestra que cuando se omite el cloruro de zinc de una composición de revestimiento que contiene polisilicato de etilo hidrolizado a un nivel de

50%, la dureza después de 1 hora y de nuevo después de 24 horas es inaceptable. Igualmente, puede observarse que cuando el polisilicato de etilo se sustituye por ortosilicato de tetraetilo y se hidroliza en el mismo grado, el valor de dureza del revestimiento resultante, después de 1 hora, es insatisfactorio y, después de 24 horas, es inferior al valor de dureza de los revestimientos de esta invención.

10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para preparar una composición de revestimiento de envase único, caracterizado porque comprende poner en contacto sólidos particulados con un vehículo y, después de agitar durante por lo menos 0,5 horas en una atmósfera inerte, envasar la composición, consistiendo dicho vehículo esencialmente en un polisilicato de alquilo hidrolizado que tiene un nivel de hidrólisis de 50 a 65% y cloruro de zinc en una cantidad de 3 a 5,5 % en peso, basado en el peso total del hidrolisato, obteniéndose dicho hidrolisato por hidrólisis del polisilicato de alquilo que contiene aproximadamente 40% de SiO_2 con 0,08 a 0,21 moles aproximadamente de agua por mol de grupos alcoxi presentes en el polisilicato de alquilo, a un pH de 1 a 6,5, en presencia de un disolvente orgánico, para formar el hidrolisato.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como sólidos particulados se ponen en contacto metales catódicamente activos.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el metal catódicamente activo es zinc.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación de vehículo a sólidos particulados es del orden de 10:90 a 70:30.

25 5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la relación de vehículo a metal catódicamente activo es de 10:90 a 50:50.

30 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el polisilicato de alquilo es silicato de etilo "40".

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los sólidos particulados incluyen también una carga.

8.- Procedimiento para preparar una composición de revestimiento de envase único, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 18 MAR. 1977

STAUFFER CHEMICAL COMPANY.

GOMEZ ACEBO Y MUDEI
e. s. Firmados L. Gasta Forastades

