

268440

PATENTE DE INVENCION



V/Dossier N° 156.

## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de fosfatación por pulverización  
del hierro y del acero".

=====

*Solicitante:* SOCIETE CONTINENTALE PARKER, entidad francesa,  
residente en 40 & 42, Rue Chance Milly, CLICHY  
(Seine), Francia.

=====

La fosfatación usual del hierro y del acero  
con ayuda de soluciones de fosfato de cinc que contengan  
nitratos o nitritos conduce a la formación de revesti-  
mientos o recubrimientos en períodos mucho más cortos  
5. cuando se opera por pulverización de estas soluciones



3440

- que cuando se opera por inmersión. Pero es precisamente en el procedimiento por pulverización o al chorro cuando la formación de lodos en las soluciones de fosfatación es particularmente perjudicial, porque se corre el riesgo de tapar las toberas de pulverización cuando se hace circular por bombeo las soluciones de fosfatación que contienen lodos. Además, la formación de lodos dá lugar, igualmente, a un consumo notablemente mayor de los productos químicos de fosfatación.
- 5.
10. Por otra parte, se conoce también aplicar revestimientos por pulverización de soluciones de fosfato de cinc a las que se añade exclusivamente nitrato (patente alemana Nº 729.262 depositada el 20 de diciembre de 1939). Este procedimiento no se ha desarrollado ampliamente en la industria, porque a las temperaturas en que se obtiene una formación de revestimientos satisfactorios, los dispositivos de calentamiento, las paredes de los túneles y más particularmente los tubos y toberas de pulverización quedan inutilizados
- 15.
20. al poco tiempo debido a formarse en ellos incrustaciones extremadamente duras. Esta separación de fosfatos no ha permitido operar en continuo. A las temperaturas más bajas indicadas por el procedimiento conocido : entre 60 y 70°C no se obtiene, en las condiciones conocidas, una formación de recubrimientos satisfactoria.
25. Se ha establecido que se puede efectuar la fosfatación por pulverización del hierro y del acero con ayuda de soluciones de fosfato de cinc que contienen nitrato, prácticamente sin formación de lodo y sin ninguna molestia de esta clase, cuando se pulverizan las piezas
- 30.



26844 J

- a tratar con una solución de fosfato de cinc conteniendo nitrato, a una temperatura de 35 a 65°C., no excediendo, preferentemente de 60°C., en la que por lo menos después de una corta duración de funcionamiento, hierro II está y permanece presente. Cantidades reducidas, de por ejemplo, 0,05 g/l de Fe II ya son suficientes. Con dicho objeto se utilizan soluciones a las que no se añade ningún otro agente oxidante que posea una acción oxidante más fuerte que el nitrato. Se ha comprobado que en estas condiciones, el aire presente durante la pulverización estaba prácticamente sólo para ejercer una acción oxidante sobre el hierro II.
- 5.
- 10.

- En las instalaciones usuales de pulverización y para las cantidades de materias habitualmente tratadas, el oxígeno del aire no es suficiente, por lo general, para mantener la solución exenta de hierro bivalente, Cuando se opera de este modo, una parte del hierro que ha pasado en solución vuelve a pasar al revestimiento de fosfato, lo cual disminuye el consumo de cinc para un espesor de revestimiento determinado. La precipitación de lodo es netamente inferior a la que se produce en los procedimientos conocidos en los que se opera por pulverización con soluciones que contienen nitrato a temperatura elevada o con soluciones que contienen además nitrito. La disminución de la cantidad de lodo de fosfato de hierro y la ausencia del lodo de fosfato de cinc producen una economía de  $P_2O_5$  porque la formación de lodos provoca en efecto una pérdida del fosfato de la solución.
- 15.
- 20.
- 25.

30. La utilización de estas soluciones de fosfato



de cinc que contienen hierro, presenta, sin embargo, un inconveniente: cuando la proporción en hierro aumenta, la duración de fosfatación aumenta notablemente.

- Se ha descubierto ahora que se puede suprimir esta influencia retardadora del hierro sobre la formación del recubrimiento en estas soluciones de fosfato de cinc conteniendo nitrato y hierro, si se tratan previamente las piezas, antes de fosfatación, con ayuda de una solución acuosa de pH comprendido entre 6 y 12, de preferencia en la zona alcalina, en particular a un pH comprendido entre 8,5 y 10, y se hace seguir este tratamiento por la fosfatación, sin aclarado intermedio. Tal tratamiento previo permite efectuar la fosfatación en las soluciones de fosfato de cinc que contienen hierro con duración del período de formación del revestimiento que no son más largas que cuando se opera con las soluciones de fosfatación conocidas, exentas de hierro. Este tratamiento previo permite pues efectuar igualmente, fosfataciones de hierro o de acero por pulverización con una precipitación de lodo muy reducida, con ayuda de soluciones de fosfato de cinc que contienen nitrato, aun operando en cadena.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.

- Para este tratamiento previo se puede utilizar una solución cualquiera, por ejemplo, una solución de carbonato de sodio, una mezcla de carbonato y de bicarbonato de sodio, o de borax y de fosfato disódico, pero de preferencia, soluciones que contengan fosfatos condensados, en particular  $P_2O_7Na_4$  o  $P_3O_{10}Na_5$ , o soluciones de mezclas de estas sustancias, en tanto que se regule su pH en la gama indicada. Se obtienen resultados
- 25.
  - 30.



338440

- particularmente favorables con ayuda de un tratamiento previo por una solución que contenga por lo menos un fosfato alcalino condensado. Estas soluciones pueden contener además, un compuesto de titanio de acción
5. activante; su actividad en el tratamiento previo puede además aumentarse por adición de agentes humectantes, lo cual provoca también un efecto de limpieza de la superficie. La presencia de nitrato de sodio en la solución de tratamiento previo ha demostrado ser igualmente favorable.
- 10.
- Se puede disponer este tratamiento previo a la fosfatación por pulverización, en tratamiento de limpieza y efectuarle con ayuda de un producto de limpieza conocido regulado al pH necesario de 6 a 12.
15. Cuando la actividad del producto de limpieza elegido es suficiente, la fosfatación por pulverización conforme al invento, puede efectuarse en una instalación de pulverización de cuatro zonas, en la que dos zonas están dispuestas para un aclarado ulterior. Esto constituye otra ventaja especial del procedimiento del invento con relación al procedimiento, utilizando soluciones de fosfatación que contengan nitrito.
- 20.
- La solución de tratamiento previo puede utilizarse a temperatura ambiente o a temperatura más elevada, no excediendo, por lo general, temperaturas
25. de 70°C. Se opera de preferencia a temperaturas más elevadas cuando se combina el tratamiento previo con una limpieza.
30. Sin embargo, para obtener el efecto de la invención, en lo que afecta a la fosfatación, es suficiente utilizar la solución a la temperatura ambiente



40

si la superficie del metal está limpia.

El ejemplo siguiente ilustra la invención sin limitarla.

Se desengrasan unas chapas de acero de la calidad para embutido profundo con ayuda de un producto de limpieza alcalino por pulverización; se aclara después en agua por pulverización. Se pulveriza después sobre las chapas durante 30 segundos una solución conteniendo:

10.           1,8 g/l de  $P_2O_7Na_4$   
              5 mg/l de Ti en forma de ortofosfato de titanio de acción activante,  
              0,2 g/l de  $PO_4H_2Na$   
a 40°C. El pH de esta solución es de 9,3.

15.           Las chapas que han sufrido este tratamiento previo se tratan después por pulverización a la temperatura de 45°C. con una solución de fosfatación que posee la composición siguiente:

20.           2,5 a 0,8 g/l de cinc  
              4,5 g/l  $P_2O_5$   
              1,9 g/l  $NO_3$   
              0,05 a 2 g/l Fe II

Durante su preparación, la solución se neutraliza mediante adición de hidróxido de sodio en cantidad tal que la relación del ácido fosfórico libre al ácido fosfórico total sea de 0,04 a 0,06 : 1. Cuando se hace actuar la solución de fosfatación durante sesenta segundos, se forma sobre la superficie del acero unos revestimientos o recubrimientos muy adherentes que poseen

25.           un espesor de 1 a 1,5  $\mu$ . Estos recubrimientos contienen, especialmente cuando la solución de fosfatación ha
- 30.



268440

- absorbido una mayor cantidad de hierro bivalente, una cantidad notable de fosfato de hierro II en relación con el fosfato de cinc. Durante el tratamiento de 4 m<sup>2</sup> de superficie de chapa por litro de solución de fosfatación, los recubrimientos permanecen satisfactorios. Los baños no contienen más que pequeñas cantidades de lodos. No se observa, obstrucción o tapado de las toberas de pulverización en el baño de fosfatación durante la operación. El baño de fosfatación se mantiene a acidez constante durante el tratamiento de las chapas con ayuda de una solución que responde a la composición siguiente:
- 12,3 % en peso de Zn
  - 24,3 % en peso de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>
  - 8,5 % en peso de NO<sub>3</sub>
- Densidad : 1,603.
- Se sobrentiende que la invención no se limita a los modos de ejecución descritos, que solo han sido dados a título de ejemplos.
- N O T A
- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 2 de diciembre de 1960, nº M 47.286 VI/48 d, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por



268440

20 años en España: "Procedimiento de fosfatación por pulverización del hierro y del acero"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1º.- Procedimiento de fosfatación por pulverización del hierro y del acero, con ayuda de soluciones de fosfato de cinc conteniendo nitrato, después de tratamiento previo alcalino, caracterizándose porque se pulveriza sobre las piezas, después de tratamiento con una solución acuosa cuyo pH es superior a 6 y llega hasta 12, de preferencia en la zona alcalina, en particular entre 8,5 y 10 sin tratamiento intermedio, una solución de fosfato de cinc conteniendo nitrato y a la temperatura de 35 a 65°C. en la que, por lo menos después de una corta duración de funcionamiento hay hierro II y permanece presente y en la que el hierro que ha pasado en solución no se transforma prácticamente en hierro trivalente más que por la acción del oxígeno del aire.

- 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizándose porque se efectúa el tratamiento previo con ayuda de una solución por lo menos, un fosfato alcalino condensado.

- 3º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizándose porque se efectúa el tratamiento previo con ayuda de una solución que contiene un compuesto de titanio de acción activante.

- 4º.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza porque se utiliza para el tratamiento previo, una solución que contiene un agente humectante.



268440

5<sup>a</sup>.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 4, caracterizándose porque se utiliza para el tratamiento previo una solución que contiene nitrato de sodio.

5. 6<sup>a</sup>.- Procedimiento de fosfatación por pulverización del hierro y del acero; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

29 JUN 1934

SOCIETE CONTINENTALE PARKER.

COMERFACEBO Y MOFFA

P. E.