

341632



10 JUN 1967
BUREAU DE INVENCIÓN

Dossier Nº 279/67

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA FOSFATACION DE ACERO
POR INMERSION".

Solicitante: SOCIETE CONTINENTALE PARKER, entidad francesa,
residente en : 40 / 42 Rue Chance Milly,
92 CLICHY, Francia.

Ya se conoce desde hace mucho tiempo utilizar para la fosfatación al temple o para la inmersión del hierro y del acero, baños de fosfato de cinc que contienen nitrato, o nitrito y nitrato. En condiciones de trabajo determinadas, particularmente cuando

5.

341632



- el baño está a temperatura elevada, cuando presenta una gran relación en peso $\text{NO}_3/\text{P}_2\text{O}_5$ y cuando el caudal no es demasiado grande, la velocidad de oxidación del nitrato y/o del nitrito es suficiente para convertir en estado trivalente prácticamente todo el hierro disuelto en los baños, de modo que las soluciones están exentas de hierro divalente. Hasta puede producirse una regeneración de nitrito en el baño, es decir, que a medida que se hace pasar por él las piezas, dicho baño se enriquece en nitrito formado por la reducción del nitrato. En la práctica, tal modo de trabajar es muy conveniente porque así ya no es necesario añadir nitrito a los baños a intervalos regulares durante el paso para mantener la concentración de nitrito. Pero se ha observado que la velocidad de oxidación del hierro divalente por el nitrato y/o el nitrito y la regeneración del nitrito partiendo del nitrato no es suficiente en todos los casos, a la larga, para mantener las soluciones prácticamente exentas de hierro divalente.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- También es conocido (véase, por ejemplo, W. Machu, "Die Phosphatierung", Weinheim 1950, páginas 142-145) que adiciones de sales de cobre al baño de fosfatación activan la formación de nitrito partiendo de nitrato. Sin embargo, el cobre ejerce una acción estabilizante sobre los complejos ferronitrosos presentes en el baño, de modo que el baño se enriquece considerablemente en gas nitroso y, particularmente cuando el baño está muy agitado, por ejemplo, cuando se introducen o retiran las piezas o durante la reti-
- 25.
- 30.



341632

rada de los lodos, estos gases pueden escapar del baño y constituir un peligro para los operadores. Además, la presencia de cobre puede dar lugar a la formación de capas de fosfato que contengan cobre, es decir, que contengan inclusiones de cobre metálico, lo cual resulta perjudicial en muchísimas aplicaciones.

- 5.
- Se ha descubierto ahora, que se puede activar particularmente la acción oxidante ejercida sobre el hierro por el nitrato o por el nitrato y el nitrito en los baños de inmersión de fosfato de cinc e intensificar la regeneración del nitrito partiendo del nitrato si se añade al baño de fosfatación pequeñas cantidades de plomo. El efecto buscado por el invento ya se descubre netamente cuando el baño de fosfato de cinc contiene aproximadamente 20 mg/l de plomo. En el procedimiento, según la invención, se evitan los inconvenientes de los procedimientos conocidos.
- 10.
- 15.

- Se puede añadir directamente el plomo del baño de fosfatación en forma de un compuesto soluble en agua o en ácido fosfórico. Es más conveniente y prácticamente más sencillo añadir ya el compuesto de plomo al concentrado de fosfato que sirve para formar y completar el baño. Compuestos apropiados son, por ejemplo, el nitrato, el acetato, el óxido y el carbonato de plomo.
- 20.
- 25.

El invento se explicará con más precisión por medio del ejemplo siguiente:

- Se desengrasan chapas de acero en el vapor de percloroetileno y se las decapa, a la temperatura
- 30.



341632

ambiente, en ácido clorhídrico al 15%. Después de haber aclarado cuidadosamente las chapas con agua corriente fría, se les fosfata por inmersión durante 10 minutos a 55°C en baños de fosfato de cinc. La

5. composición de los baños se indica en el Cuadro siguiente. En cada baño de 1 litro se fosfata por inmersión, en una hora, 5 superficies de chapa de acero de 0,04 m² cada una. Durante el paso de las piezas no se añade a los baños ningún complemento de concentrado de fosfato de cinc ni de NaNO₂. El cuadro indica el aspecto de la solución de baño después del paso de las piezas, así como la presencia o la ausencia de hierro divalente.
- 10.

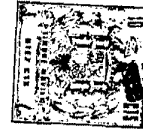
CUADRO

Composición del baño	Puntos (°)	Aspecto del baño después del paso de 0,2 m ² /l	Reacción de hierro (II) del baño des- pués del paso de 0,02 m ² /l
14,3 g/l de Zn	:	:	:
10,7 g/l de P ₂ O ₅	:	:	:
21,3 g/l de NO ₃	:	:	:
0,03 g/l de Ni	:	:	:
0,24 g/l de NaNO ₂	40	límpida, marrón oscuro	muy positiva
sin adición de Pb	:	:	:
+ aproximadamente 1,5 mg/l de Pb (°°)	40	límpida, marrón oscuro	muy positiva
+ 34 mg/l de Pb (°°)	40	blanco lechoso	prácticamente negativa
+ 120 mg/l de Pb (°°)	40	blanco lechoso	prácticamente Negativa

(°) cm³ de NaOH N/10 para neutralizar la fenolftaleína 10cm³ de solución de baño

(°°) introducido en forma de nitrato

- 5 -
341632



10 JUN 1966

- En ausencia de Pb y en presencia de aproximadamente 1,5 mg/l de Pb, se acumulan en el baño cantidades apreciables de hierro (II) que se traducen particularmente en una coloración marrón oscuro de la solución (formación del complejo ferronitroso soluble). Además, los baños permanecen límpidos porque no se deposita lodo de FePO_4 . Por el contrario, los baños que contienen 34 y 120 mg/l de Pb se enturbian desde la primera utilización. La casi totalidad del hierro disuelto se convierte en fosfato férrico difícilmente soluble.
- 5.
- 10.

Se sobrentiende que la invención no se limita a los modos de ejecución descritos que sólo han sido dados a título de ejemplos.

15.

- 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 solicitud de patente presentada en Alemania, con fecha 11 de junio de 1966, bajo el número M 69 818 VIb/48 d, acogiéndose 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 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA FOSFATACION DE ACERO POR INMERSION";
- 20.
- 25.
30. caracterizándose por lo siguiente:

341632

341632⁻⁶⁻



5. 1ª.- Procedimiento para la fosfatación de acero por inmersión en baños de fosfato de cinc que contienen como activadores nitrato o nitrito y nitrito, caracterizados porque, para favorecer la oxidación del hierro disuelto y para intensificar la regeneración de nitrito partiendo del nitrato, se añade al baño plomo, de preferencia, en cantidades superiores a 20 mg/l, en forma de un compuesto soluble en agua y/o en ácido fosfórico.

10. 2ª.- "Procedimiento para la fosfatación de acero por inmersión"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

JUN 1967

Madrid,

SOCIETE CONTINENTALE PARKER,

J. GOMEZ & C. S.A.
Firmado: F. Hernández 1967