



406822 PATENTE DE INVENCION
Dossier No. 641/72.

Int. Cl. ² : C 23 F

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PONER A PUNTO DISOLUCIONES DE FOSFATADO
DE SUPERFICIES METALICAS PARCIALMENTE AGOTADAS.

Solicitante SOCIETE CONTINENTALE PARKER, entidad francesa, re-
sidente en 40 & 42, Rue Chance Milly, 92 CLICHY,
Francia.

La presente invención se refiere a la formación
de revestimientos de fosfato sobre superficies metálicas,
por ejemplo de hierro y de acero, pulverizando sobre las
superficies una solución de tratamiento ácida al fosfato
de cinc que contenga clorato como acelerador. La solución

5.

406822



contiene también frecuentemente otros aceleradores, y también frecuentemente otros aditivos.

5. Una solución de revestimiento típica puede tener varios constituyentes, tales como cinc, fosfato, ácido, clorato, nitrato, fluoruro y a veces otro metal de revestimiento, por ejemplo el calcio. Todos estos diversos constituyentes tienden a consumirse en el transcurso de la operación de revestimiento a velocidades diferentes y, para que una solución de tratamiento pueda ser utilizada durante periodos prolongados, es necesario que sea puesta a punto, pero, debido a las diferentes velocidades de consumo, no es habitualmente posible poner a punto con una solución que tenga la misma composición que la solución de tratamiento inicial. La necesidad de añadir una solución de puesta a punto se establece determinando uno de los parametros de la solución de tratamiento, en general el contenido total en ácido de la solución.

10.

15.

Una dificultad particular proviene del hecho de que se debe añadir un agente de neutralización para conservar constante la relación ácido total/ácido libre, y, en las operaciones de pulverización en frío (es decir por debajo de aproximadamente 60 a 65°C), la adición continua o frecuente del agente de neutralización es necesaria.

20.

Se puede pensar que sería posible introducir bastante agente de neutralización en la solución de puesta a punto para realizar una relación constante, pero esto no es practicable, ya que el metal de revestimiento precipitaría.

25.

Las soluciones de puesta a punto deben estar muy concentradas. Una de las razones es la de que se evitan así cambios indebidos en el volumen de la solución de tratamien-

30.

406822



to cuando se efectúan operaciones de puesta a punto, y otra razón es la de que los concentrados reducen los gastos de transporte y de almacenamiento.

5. La solución de tratamiento está generalmente muy diluida y puede estar a temperatura elevada, pero la solución de puesta a punto está mas concentrada y puede estar mas fresca, de donde resulta que, aunque el clorato (en general el clorato sódico), sea suficientemente soluble para disolverse en la solución de tratamiento, puede ser insuficientemente soluble para disolverse completamente en la solución de puesta a punto concentrada. Anteriormente era necesario por tanto añadir la solución de puesta a punto en una forma mas diluida que lo deseable.

10. Según la invención, se pone a punto la solución de tratamiento en el transcurso de funcionamiento añadiendo una mezcla de puesta a punto que contenga al menos una parte del clorato y un agente de neutralización, y una solución de puesta a punto acuosa ácida que contenga los restantes ingredientes necesarios.

15. En la práctica, la mezcla de clorato y de agente de neutralización está habitualmente en forma de solución acuosa. Se puede bien añadir todo el clorato necesario para la puesta a punto en la mezcla con el agente de neutralización, bien añadir una parte a esta mezcla, el resto (en general menos de la mitad) se añade en la solución ácida.

20. El hidróxido sódico es un agente de neutralización adecuado, pero se puede utilizar cualquier producto alcalino compatible, por ejemplo fosfato trisódico, carbonato sódico, cincato sódico o los compuestos correspondien-

25.

30.

406822



5. tes del potasio o de otros metales alcalinos. El clorato se añade habitualmente en forma de clorato sódico. La relación global del clorato al alcali añadido con la solución de tratamiento, expresada por la relación del clorato sódico al hidróxido sódico, está comprendida habitualmente entre 1/3 y 3/1, preferentemente aproximadamente 1/1, y conviene que la mezcla de clorato y de agente de neutralización contenga los productos en estas cantidades.

10. Cuando se añade la mezcla de clorato y de agente de neutralización en forma de solución, la concentración (es decir el contenido total en sólidos) de la solución es preferentemente muy elevado, por ejemplo al menos del 15 % en peso, y preferentemente del 30 al 60 % en peso. Una solución adecuada contiene 20 % de clorato sódico y 20 % de hidróxido sódico.

15. La concentración de la solución ácida de puesta a punto es en general de al menos 20 %, y preferentemente del 30 al 60 % en peso. Su composición está formulada con el fin de mantener la eficacia de funcionamiento de la solución de tratamiento.

20. La invención presenta un interés particular en la realización de los procedimientos descritos en las solicitudes de patente en Francia de la solicitante N^o 7106933 y 7106934, en cuyo caso la solución de tratamiento puede contener cinc, fosfato, clorato y nitrato en las relaciones siguientes:

25. $P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,2$ a $0,7$; $ClO_3 = 0,2$ a $0,7$
 $NO_3 = 0,1$ a $0,4$ y la relación del ácido total al ácido libre, medidos en puntos, es de 8 a 25. (Los puntos del ácido total y del ácido libre están dados por el

30.

406822



5. número de centímetros cúbicos de hidróxido sódico N/10 necesarios para valorar una muestra de 10 ml de la solución utilizando respectivamente como indicadores la fenolftaleína y el azul de bromofenol). Si está presente fluoruro, la relación al contenido en P_2O_5 puede ir de 0,1 a 0,4.

Para dicha solución de tratamiento, la solución ácida de puesta a punto puede presentar las proporciones siguientes:

10. $P_2O_5 = 1$; Zn = 0,2 a 0,7;
y $N_2O_3 = 0,01$ a 0,08, el fluoruro eventualmente presente está en una relación de 0,02 a 0,08 con P_2O_5 . También puede contener una parte del clorato, la cantidad total de ClO_3 utilizada para la puesta a punto es en general de 0,01 a 0,5 ($P_2O_5 = 1$).

15. Los ejemplos no limitativos siguientes están dados a título de ilustración de la invención.

EJEMPLO 1

20. Se compone una solución de tratamiento a partir de ingredientes que proporcionan las cantidades siguientes:
 $P_2O_5 = 1$; Zn = 0,37; $ClO_3 = 0,35$; $NO_3 = 0,21$
El ácido total es de 15 puntos y la relación de los puntos de ácido total a los puntos de ácido libre es de 14. Se utilizan 10 litros de esta solución para tratar 375 placas de hojas de acero (15 x 10 centímetros) por pulverización durante un minuto a una temperatura de 50°C y se les pone a punto en el transcurso de la utilización por adiciones de una parte de una solución acuosa de hidróxido sódico al 20 % y de clorato sódico al 20 %, y de cuatro partes de una solución ácida de puesta a punto que tiene un
- 25.
30. contenido total en sólidos del 52 % en peso en las propor-



406822

ciones:

$P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,36$ y $NO_3 = 0,08$.

Se obtienen revestimientos de fosfato de cinc satisfactorios de un peso de revestimiento en la gama de 2-2,5 g/m² durante toda la operación de tratamiento.

5.

EJEMPLO 2

En otro ejemplo, la solución de tratamiento del ejemplo 1 contiene además de los fluoruros en una relación de 0,15 con relación al contenido en P_2O_5 , y la segunda solución de puesta a punto contiene fluoruro en la relación de 0,065 con relación al contenido en P_2O_5 .

10.

Se utiliza esta solución para tratar 370 placas de acero y de aluminio (15 x 10 cm, una placa de cada 10 es de aluminio) por pulverización durante 1 minuto en las condiciones indicadas en el ejemplo 1. Se pone a punto la solución con dos soluciones y en las relaciones indicadas en el ejemplo 1. El peso del revestimiento es de 2,5 - 3 g/m² sobre el acero, y de 1,5 g/m² sobre el aluminio.

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 Inglaterra, con fecha 20 de septiembre de 1971, completada el 14 de agosto de 1972, bajo el número 43763/71; 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

20.

25.

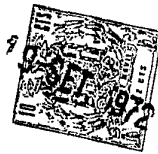
30.



lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre : PROCEDIMIENTO PARA PONER A PUNTO DISOLUCIONES DE FOSFATADO DE SUPERFICIES METALICAS PARCIALMENTE AGOTADAS; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para poner a punto disoluciones de fosfatado de superficies metálicas parcialmente agotadas, del tipo que comprenden fosfato de cinc y clorato, caracterizado porque comprende agregar a dichas disoluciones, en el transcurso de la operación de fosfatado, una mezcla de puesta a punto que contiene al menos una parte del clorato y del agente de neutralización, y una solución acuosa ácida de puesta a punto que contiene los restantes ingredientes necesarios para la puesta a punto.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de puesta a punto contiene clorato sódico e hidróxido sódico.
15. 3.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la solución de tratamiento se utiliza por debajo de 65°C.
20. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la superficie metálica es una superficie de hierro.
25. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la solución de tratamiento contiene fosfato de calcio.
30. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la solución ácida de puesta a punto tiene un contenido en sólidos de al menos 20 % y, principalmente del 30 al 60 % en peso.
- 7.- Procedimiento según cualquiera de las rei-

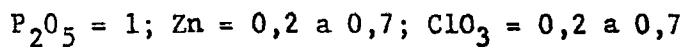
406822



vindicaciones precedentes caracterizado porque la mezcla de puesta a punto está en forma de una solución acuosa.

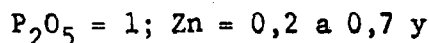
5. 8.- Procedimiento según la reivindicación 7 caracterizado porque la citada solución tiene un contenido en sólidos de al menos 15 % en peso y, principalmente, del 30 al 60 % en peso.

10. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado porque la solución de tratamiento contiene cinc, fosfato, clorato y nitrato en las proporciones siguientes:



$NO_3 = 0,1 \text{ a } 0,4$, siendo la relación del ácido total al ácido libre, medidos en puntos, de 8 a 25, y la solución ácida de puesta a punto contiene cinc, fosfato y nitrato en las proporciones siguientes:

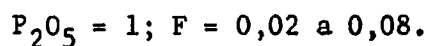
15.



$NO_3 = 0,01 \text{ a } 0,08$, y porque el complemento total de clorato es de 0,01 a 0,15 ($P_2O_5 = 1$).

20. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la solución de tratamiento contiene también fluoruro en la relación:

$P_2O_5 = 1; F = 0,1 \text{ a } 0,4$ y la solución ácida de puesta a punto contiene también fluoruro en la relación:



25. 11.- Procedimiento para poner a punto disoluciones de fosfatado de superficies metálicas parcialmente agotadas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

30. Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 SET. 1972

SOCIETE CONTINENTALE PARKER

P. P. Firmado: J. Suarez Diaz

José Suárez Díaz