



407627

Int. Cl.: C10M; C23F/B65D

memoria descriptiva

407627

CLASE DE REGISTRO Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE KONINKLIJKE EMBALLAGE INDUSTRIE VAN LEER B.V.
- sociedad holandesa -

RESIDENCIA Y DOMICILIO AMSTELVEEN (Holanda)
Amsterdamsweg 206.

OBJETO "Procedimiento para el tratamiento previo de superficies metálicas".

INVENTORES Albert Edward John EVANS, Antony Norbert AINCOUGH,
- británicos -, y Koenraad VERSCHOORE, - belga -.

PRIORIDAD Solicitud patente invención holandesa 71.14590 del 22 de octubre de 1971.

407627



- 1.-

1 El presente invento se refiere a un procedimiento
para tratar previamente superficies metálicas aplicando sobre
ellas una capa protectora, con el objeto de mejorar el rendi-
miento de revestimientos orgánicos y/o de evitar la oxidación
5 prematura. El material particularmente sometido a dicho tra-
tamiento es acero.

10 Un problema serio en la protección de bidones de
acero es que la superficie de las bobinas o chapas de acero,
recibidas de las plantas siderúrgicas, frecuentemente muestra
contaminación, particularmente en la forma de manchas de óxi-
do frecuentemente como óxido salpicado. Se requieren algunos
tratamientos extra para volver la superficie de acero a una
condición adecuada para el revestimiento sin introducir efec-
tos adversos, por ejemplo, sensibilidad al agua.

15 Se economizaría tiempo y dinero, si las plantas si-
derúrgicas fueran capaces de entregar el acero sustancialmen-
te libre de óxido y de otros contaminantes, indeseables, te-
niendo una resistencia temporal al óxido, pero permaneciendo
un substrato adecuado para revestir sin tratamientos extra.

20 Es generalmente conocido que la oxidación del acero
puede impedirse aplicando una sustancia aceitosa a la super-
ficie o fosfatando la superficie, y también es conocido que
fosfatar la superficie y cerrando herméticamente el fosfato,
por ejemplo, por medio de un aceite, es un asunto puesto en
25 práctica.

30 Respecto a impedir que se oxide el acero, dichos
sistemas pueden cubrir necesidades prácticas, pero una des-
ventaja común es que el acero protegido por tal aceite o por
fosfato, cerrado herméticamente con aceite, no puede ser re-

407627



- 2.-

1 vestido sin desengrasar, ya que sufriría la aplicación y el
rendimiento de muchos revestimientos, mientras que la protec-
ción por fosfatación sola, a los niveles usados para conseguir
resistencia contra el óxido y rendimiento de revestimiento,
5 es algo antieconómico o impracticable por el uso general,

Dicho inconveniente causa serios trastornos en la
fabricación de bidones de acero, que tengan que revestirse
con pintura externamente y con frecuencia se laquean interna-
mente, El acero impedido de oxidarse, de acuerdo con dichos
10 métodos conocidos, rara vez puede revestirse satisfactoriamente
sin haber eliminado dicho aceite, si se aplica. Por con-
siguiente, el fabricante de los bidones de acero tiene que _
desengrasar la superficie del acero con disolventes orgánicos,
tales como tricloroetileno, o lavar la superficie del acero
15 con soluciones acuosas alcalinas, es decir, soluciones acuo-
sas de hidróxido sódico, carbonato sódico, silicatos de metal
de álcali o fosfato condensado, particularmente pirofosfatos
o con soluciones acuosas ácidas, por ejemplo, soluciones acuo-
sas de fosfato de metal monoalcalino.

20 De acuerdo con la memoria de la patente británica
nº 625,297 las propiedades de desgaste y la vida de almacena-
je de superficies de metal pueden mejorarse, aplicando una
solución, pasta o emulsión estabilizada conteniendo ácido _
ortofosfórico y aceite o grasa polar no secante y soluble en
25 agua en una proporción de peso de 1:100 hasta 15:100. Aunque
no se indica la proporción de material protector por m², re-
sulta que tal cantidad de aceite o grasa polar, particular-
mente "degras" tiene que aplicarse, que el revestimiento aca-

30

407627



- 3.-

1 bador puede aplicarse solamente después de haber eliminado dicho material aceitoso sin quitar la película de fosfato.

Además, la memoria de la patente de EE.UU. _ _ _ 3.525.651 describe un procedimiento de una fase para aplicar una solución de fosfato acuoso de zinc, conteniendo una mezcla de partículas sólidas de un lubricante grasiento y de un agente superficie activo soluble en agua. Si el material tratado debe someterse a una operación deformante, el revestimiento aplicado procurará suficiente lubricación, pero si tiene que someterse a una gran operación deformadora, puede aplicarse una película lubricante a las superficies de metal revestidas.

Como podía anticiparse y como han demostrado los solicitantes, películas de aceite mucho más ligeras, que aquellas usadas para la protección de acero, como tales no dan protección adecuada contra oxidación atmosférica; los revestimientos de fosfato mucho más ligero que aquellos usados como tratamientos previos para la pintura tampoco dan adecuada protección contra el óxido. Sin embargo, sorprendentemente se ha encontrado que se conseguían de una manera superior adecuada protección contra oxidación y rendimiento de revestimiento por aplicación del agente fosfatador y del material aceitoso simultánea o separadamente, pero excluyendo sistemas, en que se depositan más de 50 mg/m² de agente fosfatador de una etapa separada, directamente sobre el metal o en combinación con más de 150 mg/m² de material aceitoso. También se ha encontrado que el método descrito a continuación permite obtener un grado sorprendentemente alto de

1

5

10

15

20

25

30

407627

14



- 4.-

1 lubricidad, junto con superior resistencia al óxido e incluso
de beneficio, por lo menos sin daño al rendimiento del reves
5 timiento, que eventualmente se aplique de modo subsiguiente
sin anterior desengrasado. En la presente solicitud el térmi
no de "material aceitoso" indica aceites, que no son solubles
en agua, y pequeñas cantidades de los cuales se disuelven fá-
cilmente en disolventes comunmente usados en los sistemas de
pintura o de cola. Estos incluyen: aceites minerales, acei-
tes vegetales, aceites animales y otros aceites grasos, acei-
10 tes sintéticos, aceites modificados y aceites plantificadores.

La selección del material específico depende de la
aplicación.

15 Los componentes pueden ser aplicados como una mez-
cla de un material aceitoso y un agente fosfatador o separa-
damente, por ejemplo, por un tratamiento de la superficie de
acero con un material aceitoso, seguido de un ulterior trata-
miento con un agente fosfatador. El material aceitoso y el
agente fosfatador pueden aplicarse como una emulsión o como
una solución (es esencial que esté presente una apreciable
20 cantidad de agua durante el tratamiento para facilitar la
ióniciación del agente fosfatador.)

Preferentemente el material aceitoso y el agente
fosfatador se aplican como una emulsión. Tal emulsión puede
25 ser preparada por ejemplo de un ácido fosfórico diluido, ^{un}sur-
factante y dioctilsebacato.

Dioctilsebacato, que se usa frecuentemente en la -
fabricación de chapa estañada es el material aceitoso prefe-
rido.

30

407627



- 5.-

1

El agente fosfatador preferido es ácido ortofosfórico, pero no se excluyen otros 'ácidos fosfóricos, oxiácido fosforoso o fórmulas fosfatadoras 'ácidas, (eventualmente combinadas con detergentes).

5

La concentración preferida variará dependiendo de un número de parámetros, por ejemplo, del substrato, tiempo de tratamiento y temperatura, método de aplicación y rendimiento requerido, pero estará frecuentemente en el alcance de 0,01 a 1,0% de volumen de solución acuosa. La cantidad de fosfato aplicado por m^2 puede ser considerablemente más baja que la cantidad de fosfato generalmente aplicado de acuerdo con la técnica anterior.

10

15

El procedimiento descrito al presente, produce con preferencia una capa de fosfato de 0,01-50 mg, por m^2 . Además, no se excluye el poner en práctica el procedimiento de tal modo que el fosfato no sea medible o de una manera, en que las capas de fosfato se obtengan con mayor grosor.

20

Si el agente fosfatador contiene un acelerador, por ejemplo, nitrato sódico, nitrito sódico, clorato sódico, sales de cobre o de níquel, se forma una capa mejorada de fosfatos, mientras que se reducen la temperatura y el tiempo requeridos para formar dicha capa. Lo mismo puede conseguirse si está presente un acelerador fosfatador sobre la superficie de acero, que deba protegerse. El acelerador preferido es una combinación de nitrito sódico y nitrato sódico.

25

Aunque la cantidad de material aceitoso, que deba aplicarse no está limitada, se prefieren cantidades de 5-100 mg. de material aceitoso por m^2 , dependiendo de los parámetros

30

407627



- 6.-

1 arriba mencionados. Puede ser apropiado usar un exceso de
agente protector, por ejemplo, una emulsión acuosa del mate-
5 rial aceitoso y del agente fosfatador con el fin de anular
los efectos adversos de contaminantes, presentes dado el ca-
so. Así, el tratamiento limpiador usual, dado al acero antes
de pintar, puede omitirse total o parcialmente. Puede ser
deseable crear condiciones de superficie, particularmente lu-
bricidad controlada, que entonces permiten operaciones de _
10 elaboración del metal, ejecutadas, tales como estiramiento
sobre las chapas de acero según se reciban. Esto puede con-
seguirse de acuerdo con el procedimiento arriba descrito por
la selección de un adecuado material aceitoso. La emulsión
o solución de los componentes, así como de los componentes
15 separadamente, puede aplicarse al acero de acuerdo con varios
métodos, tales como tratamiento con rodillos, inmersión, ce-
pillado, rociado. Solo un breve tiempo de contacto con la
solución de tratamiento o emulsión de tratamiento se requiere,
pero éste no es un detalle restrictivo. Preferentemente un
20 tiempo de contacto de menos de 3 minutos, particularmente me-
nos de 30 segundos, se utiliza. Un breve tiempo de secado
después de la aplicación es recomendable. El presente proce-
dimiento puede usarse para tratar acero reducido en frío, así
como acero salpicado, laminado en caliente. El tratamiento
25 puede ser realizado durante la etapa de elaboración subsiguien-
te al recocido (o limpieza química cuando sea necesaria) en
la manufactura de acero laminado en frío o caliente.

El presente procedimiento es de importancia particu-
lar en la fabricación de fleje de acero, particularmente del

30

407627



- 7.-

1
5
10
15
utilizado en la fabricación de bidones de acero. El acero tratado de acuerdo con el invento tiene que empaquetarse de la manera usual. Generalmente, las pilas o bobinas de acero están envueltas con un laminado de polietileno-papel que, a su vez, está envuelto por una hoja de acero exterior de envoltura eventualmente soportada por tacos de madera, impidiendo por ello la incidencia directa de los elementos atmosféricos. Así, tratando superficies de acero de acuerdo con el presente invento, se crean condiciones de superficie, que producen (i) un grado superior de resistencia al óxido, (ii) un excelente aspecto durante un considerable periodo de tiempo (iii) mejora del rendimiento de revestimientos orgánicos aplicados subsiguientemente y (iv) un grado favorable de lubricidad.

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar al invento, sin limitar por ello el alcance del mismo, a los detalles específicos de los ejemplos.

Los métodos de ensayo, usados en los ejemplos 1 - 18, abajo mencionados, son como sigue:

1.- Pintabilidad.

(a) General.- La pintura se aplica por pulverización a los paneles de acero (150 x 300 mm. o 150 x 100 mm.) que se sujetan verticalmente frente a una cuba pulverizadora del tipo de catarata.

Se usó en todos los casos una pintura pigmentada de verde brillante, excepto donde se indica de otro modo. La unidad pulverizadora usada es una pistola convencional pulverizadora manual y la pintura se aplica de una manera

30

407627



- 8.-

1 convencional a un grosor de 20 - 30 mm. en una capa. Un pe-
riodo de 5 minutos de apagamiento se deja en una atmósfera
libre de polvo antes del estufado.

5 Después de haberse separado el panel del horno y
después de dejarse enfriar, se establece el grosor, usando
un medidor de inducción electromagnética. Un número adecua-
do de tales paneles se usa para procurar 18 muestras de dis-
cos de 55 milímetros de diámetro para el alcance de los en-
sayos, que deba realizarse según se describirá más abajo.

10 Las muestras se condicionan por exposición a los
siguientes medios ambientes.

(i) Temperatura y humedad ambiente atmosféricos.

15 (ii) Inmersión en agua a $40 \pm 0.2^\circ$ C. en un baño
de agua calentado agitado, termostáticamente controlado du-
rante un tiempo específico.

(b) Ensayo de impacto inverso (2,5 mm de endenta-
ción).

20 El método usado para este ensayo se basa en B.S.
3.900: parte E3: 1,966 (impacto) conformándose el aparato con
la especificación y modificándose ligeramente el método de
comprobación de los resultados.

25 La comprobación del resultado de aplicar una enden-
tación de impacto inverso de 2,5 mm. a la muestra se hace
como sigue:

30 Una tira de cinta de 25 mm. de anchura, sensible
a la presión, transparente, se aplica sobre la superficie de
pintura endentada y se presiona, con el fin de que se adhie-
ra a la pintura. La cinta entonces es "pelada rápidamente"

407627



- 9.-

1 de la pintura, separando toda la película de pintura no adherente. La tira de cinta resultante después se aplica a un
5 papel milimetrado para registro permanente del resultado y para medir el área de película separada. La medición se consigue
5 estimando el diámetro del disco de pintura separada. En casos, en que el disco no sea todo pintura, sino que consista en pequeños copos, el área de pintura separada todavía se adopta como el área del disco.

10 Tres muestras se evalúan para cada sustrato, revestimiento y acondicionamiento y se registra el área media de pintura separada.

15 Como se incluyen en un programa de ensayos, tratamientos de control y sustratos, se obtiene un valor de línea de base para el rendimiento de cada combinación de revestimiento/sustrato. Las áreas se expresan en milímetros cuadrados y reconocen que están dentro de la variación experimental
20 variaciones de 20 - 30 mm² representando ± 2 mm. de diámetro y no representan cambios significativos en el rendimiento. Diferencias mayores entre la línea de base y algunas modificaciones reflejan cambios en el rendimiento, bien sea como mejora o deterioración.

25 En casos en que el tiro de la cinta separe película de pintura de área aislada de la parte no deformada de la muestra de ensayo, así como sobre el área endentada, el resultado se registra como grave pérdida de adherencia (SLA).

En el caso extremo, en que la pintura se separa de la totalidad o casi totalidad de la muestra de ensayo, el resultado se registra como pérdida total de adherencia (CLA).

30

407627



- 10.-

1

Los resultados de CLA o de SLA representan fallos bastante más serios que los resultados expresados numéricamente como un área separada, porque se debe a la pérdida de adherencia de áreas no deformadas.

5

Estiramiento según ERICHSEN: DIN 53.156

B.S. 3.900 parte E4, 1.969 (aplicación de ventosa)

El método y el aparato se basan en B.S 3.900, parte E4, 1.969 (aplicación de ventosa) para una simple profundidad de endentación con interpretación modificada de los resultados, e incluyen el uso de chapa de acero de 16, 18 ó 20 B.G, como chapa acabada en la planta siderúrgica o pulida y los ensayos se realizaron bajo condiciones ambiente.

10

15

El método de comprobación del ensayo de aplicación de ventosa de 7,0 mm. sobre las muestras, es para el impacto inverso, excepto que en lugar de medir el área eliminada, se empleó un sistema de pérdida graduada de adherencia, alcanzando desde cero hasta completar en ocho etapas (véase tabla de referencia I).

20

De nuevo se ensayaron tres muestras después de cada acondicionamiento y los grados resultantes se promediaron (por lo menos 2º que no figuran en último lugar merecen una mención separada).

25

Al interpretar los resultados, es significativa una diferencia de 2 ó más grados en comparación con el valor de control. Las diferencias de 1 grado pueden deberse a variación experimental, Cuando en la interpretación del impacto inverso resulte el registro de SLA o de CLA esto indica

30

407627



- 11.-

1

un fallo mucho más serio.

La resistencia a la oxidación.

5

La resistencia a la oxidación se determina comparativamente, relacionándose los resultados a la cantidad de óxido desarrollado de acuerdo con el sistema mostrado en la tabla II de referencia.

10

Todos los datos presentados son el promedio de 3 paneles de muestra de 140 mm. x 74 mm sometidos a humedad relativa de 85 - 90% a $30^{\circ} \pm 1^{\circ} \text{C}$.

15

La fig. 2 es la carta de norma para examen microscópico y macroscópico de corrosión de acuerdo con Champion (Procedimientos de ensayos de corrosión, F. A. Champion, segunda edición 1.964, página 203 - 205). La relación entre el número descriptivo, el término de norma y el número de manchas de óxido por cm^2 se indica en la tabla A. El tamaño de manchas de óxido individuales observadas fué siempre de 8 mm^2 (comprobado por el método de acuerdo con Champion).

20

----- siguen las tablas de referencia I, II y A

25

30

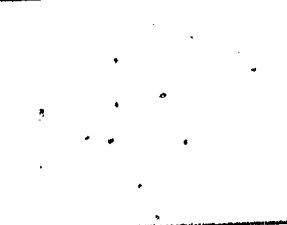
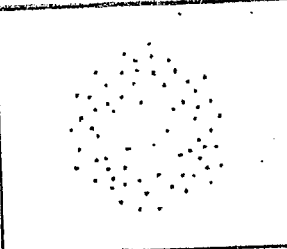
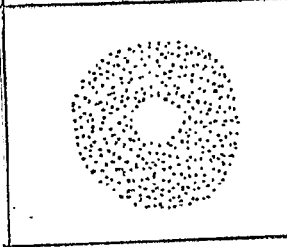
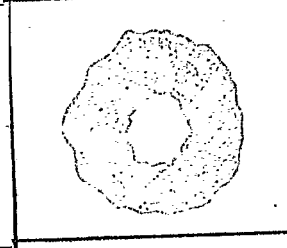
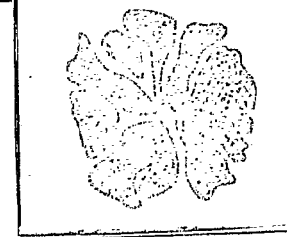
407627



- 12.-

1

Referencia T a b l a . I

grado	Muestra idealizada	D e s c r i p c i ó n
5	o	Ninguna pérdida visible de adherencia o grietas solo visibles.
10		lugares aislados o muy pequeños copos separados.
15		separados lugares o muy pequeños copos aproximados a un anillo o disco.
20		separados lugares o muy pequeños copos formando un anillo casi sólido o disco.
25		separados un anillo o disco sólido de lugares o copos muy pequeños.
30		separados grandes copos sólidos aproximándose a un disco.

S.L.A. GRAVE PERDIDA DE ADHERENCIA OTRA QUE EN EL PUNTO DE SOLICITACION/
 G.L.A. PERDIDA COMPLETA DE ADHERENCIA, O CASI COMPLETA.

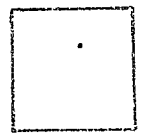
30



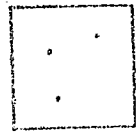
1
5
10
15
20
25
30

Referencia T a b l a II

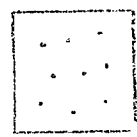
1
muy pocos



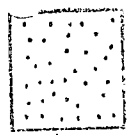
2
pocos



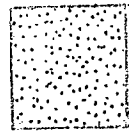
3
pequeño
número



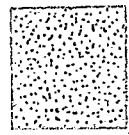
4
número moderado



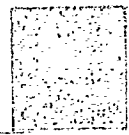
5
número considerable



6
numerosos



7
muy numerosos



407627



- 14.-

1

T a b l a A

5

Determinación de Óxido

Número descriptivo	Condición normalizada	Número por dm. cuadrado
10.	1 Muy poco	33
	2 Poco	100
	3 Pequeño número	330
	4 Número moderado	1000
15	5 Número considerable	3300
	6 Numeroso	10000
	7 Muy numeroso	33000

20

25

30

407627



- 15.-

1

Concentración de fosfato sobre las superficie de acero.

5

10

15

20

25

30

Con el fin de establecer la concentración de fosfato, formada sobre la superficie de acero por este procedimiento fué realizado un estudio de radio-trazador. Paneles de acero limpios (desengrasados durante 30 minutos en vapor de tricloroetileno) y paneles de acero revestidos con dioctilsebacato (15 mg/m^2 y 100 mg/m^2), sales solubles y combinaciones de ambos se sumergieron durante tiempos específicos (10 segundos, 20 segundos, 60 segundos) en ácido ortofosfórico radiactivo (P31) (90% w/w) en soluciones (0,01, 0,05 y 0,01% v/v). Las cantidades de ácido fosfórico radiactivo, que permanecieron en la superficie de estos paneles de acero después de secar, se establecieron por contador de chisporroteo de Geiger Müller.

Las cantidades de ácido fosfórico (fosfato) que se encontraron sobre la superficie del acero sumergido durante 20 segundos en la solución de ácido fosfórico de 0,05% se indican más abajo. Los valores indicados abajo se citan en $\text{mg H}_3\text{PO}_4/\text{m}^2$.

El revestimiento sobre los paneles de acero fué como sigue:

— — — sigue la tabla B . .

407627



- 16.-

1

T A B L A B

5

Concentración de ácido fosfórico
(90% w/w)

0,05% (v/v)

Tiempo de inmersión (segundos)

20

10

Revestimiento sobre superficie

Acero desengrasado con
Tricloroetileno

25

Acero con 50 mg/m²
nitrito sódico

30

15

Acero con 15 mg/m²
dioctilsebacato

16

Acero con 100 mg/m²
de dioctilsebacato

9

Acero con 50 mg/m²
de nitrito sódico y
15 mg/m² de sebacato
de dioctilo

5

20

Acero con 50 mg/m² de
nitrito sódico y
100 mg/m² de sebacato
de dioctilo

12

25

Los pesos del revestimiento de H₃PO₄ en mg/m² .

EJEMPLO 1.

Se preparó una emulsión conteniendo 1% (v/v) de
dioctil sebacato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90%
w/w), 0,2% (w/v) nitrato sódico, 0,01% (w/v) nitrito sódico

30



407627

- 17.-

1 y 0,05% (v/v) de surfactante Triton X-45 en agua. Paneles
de acero dulce reducidos en frio, (suministrados de acuerdo
con la calidad B.S. 1449, parte 1B 1962, CR4, rugosidad no-
5 minalmente 60 micro-pulgadas) fueron sumergidos en esta emul-
sión durante 10 minutos, escurridos y secados estuvieron
verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se en-
contró que se había depositado sobre la superficie de acero
47 mg/m² de dioctilsebacato.

10 Estos paneles de acero fueron sometidos a los en-
sayos de pintabilidad y oxidación detallados arriba y se ob-
tuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	100 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 3
1 día de remojado en agua	Impacto inverso	SLA	65 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

20

25

30

407627



1

(b) Resistencia al óxido

5

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

10

EJEMPLO 2

15

Se preparó una solución de 0,39% (w/v) nitrito sódico, 0,12% (w/v) de trietanolamina y 0,05% (w/v) surfactante Pluronic L64. Paneles de acero dulce, reducidos en frío, fueron sumergidos en esta solución durante 10 segundos y se dejaron escurrir y secar a temperatura ambiente. Estos paneles de acero demostraron tener 50 mg/m² de nitrito sódico depositado sobre su superficie. Una emulsión conteniendo 100% (v/v) de dioctilsebacato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90%) w/w, 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua. Los paneles de acero revestidos con nitrito sódico fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado sobre la superficie de acero 108 mg/m² de dioctilsebacato.

20

25

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

30

407627



- 19.-

1

(a) Pintabilidad

5

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	60 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día remojado en agua	Impacto inverso	SLA	25 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

10

(b) Resistencia al óxido

15

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

20

EJEMPLO 3

25

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de aceite de linaza, 01% (v/v) ácido ortofosfórico (90%) w/w y 0,05% (v/v) Triton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero dulce reducido en frio se sumergieron en la emulsión durante 10 segundos, se escurrieron y secaron para estar verticalmente 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se habían depositado sobre la superficie de acero 84 mg/m² de aceite de linaza.

30

407627



1

Estos paneles se sometieron a los ensayos de pinta
bilidad y resistencia de óxido, arriba detallados y se obtu-
vieron los siguientes resultados:

5

(a) Pintabilidad

10

Condiciones	Ensayo	Acero desengra- sado con tri- cloroetileno	Acero tratado como arriba
	Impacto inverso	55 mm ² separados	25 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	15 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 1

15

(b) Resistencia al óxido

20

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

25

Ejemplo 4

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctilsebaca-
to, 0,01% de ácido ortofosfórico (90%) w/w y 0,05% (v/v) Tri

30

407627



- 21.-

1

5

10

15

20

25

30

ton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. 43 mg/ m² de dioctil sebacato se había encontrado que se había depositado sobre la superficie de acero.

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	90 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 3
1 día de remojado en agua	Impacto inverso	SLA	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

(b) Pintabilidad

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

407627



1

EJEMPLO 5

Fué preparada una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebacato, 1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90%) (w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado sobre la superficie de acero 97 mg/ m² de dioctil sebacato. Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba de tallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

5

10

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	40 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	35 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 2

20

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

30



407627

1

EJEMPLO 6

Se preparó una solución conteniendo 0,025% (v/v) de dioctil sebacato y 0,01% (v/v) de ácido ortofosfórico (90%) w/w en isopropilalcohol (60% v/v) y agua, (40% v/v).

5

Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la solución durante 10 segundos, escurridos y secos estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado 20 mg/m² de dioctil sebacato sobre la superficie de acero.

10

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados.

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	60 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
20 1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 3

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	2
24 horas a 85-90% RH	2	2
7 días a 85-90% RH	5	2

30



407627

1 EJEMPLO 7

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebaco, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero aceitados y laminados en caliente fueron desengrasados con tricloroetileno y después fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado sobre la superficie del acero 156 mg/m² de dioctilsebaco. Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

15	Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
	Ambiente	Impacto inverso	90 mm ² separados	40 mm ² separados
		Erichsen	grado 2	grado 2
20	1 día de remojo en agua	Impacto inverso	CLA	30 mm ² separados
		Erichsen	CLA	grado 3

(b) Resistencia al óxido

	Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
25	Inmediato	1	1
	24 horas a 85-90% RH	1	1
	7 días a 85-90% RH	1	1

30

407627



1

EJEMPLO 8

5

10

Una emulsión conteniendo 0,025% (v/v) dioctilsebato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% de TritonX-45 en agua fue preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron cepillados con la emulsión para formar un nivel líquido visualmente uniforme. Los paneles fueron escurridos y secados, dejándose verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado en la superficie de acero 54 mg/m² de dioctil sebato.

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	95 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 5
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	35 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 5

20

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

30



407627

1

EjemPlo 9

Una emulsión conteniendo 0,25% (v/v) de aceite de ricino, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% v/v Triton X-45 en agua fue preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se habían depositado sobre la superficie de acero 112 mg/m² de aceite de ricino.

5

10

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	45 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 3

20

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

30

407627



1

EJEMPLO 10

5

10

Una emulsión conteniendo 0,25% (v/v) de aceite lubricante (Croda fluido G 6938), 0,1% (v/v) ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se halló que se habían depositado sobre la superficie del acero 135 mg/m² del aceite. Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 2
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 3

20

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

30



407627

1

EJEMPLO 11

Una emulsión conteniendo 0,25% (v/v) de aceite de linaza epoxizado, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en la emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperaturas ambientes. 61 mg/m² de aceite de linaza epoxizado se encontró que se habían depositado sobre la superficie de acero.

5

10

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad.

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	55 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 3

20

(b) Resistencia al óxido

25

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	2

30

407627



1

EJEMPLO 12

Fué preparada una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebacato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron inundados con la emulsión y después pasados a través de un rodillo de boquilla. El tiempo entre la inundación y del paso del panel a través del rodillo de boquilla fué de 10 segundos. Los paneles estuvieron horizontalmente y se dejaron secar durante 1 hora a temperatura ambiente.

5

Se encontró que se habían depositado en la superficie del acero 108 mg/m² de dioctil sebacato.

Los paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados.

10

(a) Pintabilidad

15

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	55 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 2
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 5, SLA	grado 4

20

25

30



407627

1

(b) Resistencia al óxido

5

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	2

10

EJEMPLO 13

15

a) Una solución de 0,1% (v/v) ácido fosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua fué preparada. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron inundados con la solución y después pasados a través de un rodillo pellizcador. El tiempo entre la inundación y el paso del panel a través del rodillo pellizcador fué de 10 segundos. Los paneles estuvieron horizontalmente y se dejaron secar durante 1 hora a temperatura ambiente.

20

b) También se preparó una emulsión conteniendo 1% v/v de dioctil sebacato y 0,05% de v/v de Triton X-45. Paneles de acero dulce reducidos en frío fueron sumergidos en esta emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados y se dejaron estar verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se habían depositado 61 mg por m² de dioctil sebacato

25

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados.

30



407627

- 31. -

1

(a) Pintabilidad

5

10

15

20

25

30

Condiciones	Ensayo	Acero desengra- sado con tri- cloroetileno	Acero tratado de acuerdo con el artículo a)
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	70 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 3
1 día a remojo en agua	Impacto inverso	SLA	60 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

Acero tratado
de acuerdo con
artículo b)

40 mm²
separados

0

CLA x)

CLA x)

X) CIA = pérdida completa de adherencia

(b) Resistencia al óxido

Condiciones	Acero desengra- sado con tri- cloroetileno	Acero tratado de acuerdo con el artículo a)	Acero tratado de acuerdo con el artículo b)
Inmediato	1	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1	1
7 días a 85-90% RH	5	6	1



407627

1
5
10
15
20
25
30

EJEMPLO 14

La superficie de paneles de acero dulce reducidos en frio fué previamente revestida con un aceite (289 mg/m² de dioctil sebacato conteniendo 2,5% de surfactante de Triton X-45). Los paneles de acero fueron inundados de una solución de 0,1% (v/v) ácido ortofosfórico (90% w/w) en agua y después se hicieron pasar por un rodillo pellizcador. El tiempo entre la inundación y el paso del panel a través del rodillo pellizcador fué de 10 segundos. Los paneles estuvieron colocados horizontalmente y se dejaron secar durante 1 hora a temperatura ambiente. Los paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados:

(a) Pintabilidad

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	40 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	20 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

407627



- 33 -

1

(b) Resistencia al óxido

5

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	1

10

EJEMPLO 15

Paneles de acero dulce reducidos en frío teniendo una superficie contaminada con 50 - 100 mg/m² de dioctil sebacato (20% (w/w)), de sales inorgánicas solubles (25% (w/w)), de residuos de hierro (13% (w/w)), tizne y sílice insoluble (2% (w/w)), trietanolamina (28% (w/w)) y surfactante del tipo de óxido etileno (12% (w/w)), fueron sumergidos en una solución de 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) durante 10 segundos, estuvieron verticalmente y se dejaron escurrir y secar durante 1 hora a temperatura ambiente.

15

20

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados.

25

(a) Pintabilidad

La pintura usada para esta evaluación fué una pintura espoli pigmentada con rojo de toluidina y solamente se usó el ensayo de impacto inverso de 2,5 mm.

30



407627

- 34.-

1

Condiciones	Acero contaminado no tratado con ácido fosfórico	Acero contaminado tratado con ácido fosfórico
Ambiente	45 mm ² separados	40 mm ² separados
Remojo en agua durante 1 día	CLA	30 mm ² separados
Remojo en agua durante 7 días	CLA	20 mm ² separados

5

10

(b) Resistencia al óxido

15

Condiciones	Acero contaminado no tratado con ácido fosfórico	Acero contaminado tratado con ácido fosfórico
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	1	1
7 días a 85-90% RH	1	1

20

EJEMPLO 16

Se preparó una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebacato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua. La emulsión fué rociada sobre paneles de acero dulce reducidos en frío hasta que se alcanzó un nivel uniforme de líquido. Se dejó estar la emulsión sobre los paneles durante 10 segundos y entonces los paneles fueron secados con un chorro de aire de alta presión.

25

30

407627



- 35.-

1

Los paneles se dejaron reposar durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se habían depositado sobre la superficie de acero 49 mg/m² de dioctil sebacato.

5

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron los siguientes resultados.

(a) Pintabilidad

10

Condiciones	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	50 mm ² separados
	Erichsen	grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	S.L.A.	40 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

15

(b) Resistencia al óxido

20

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	2

25

EJEMPLO 17

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil seba-

30



407627

14

1 cato, 0,01% (v/v) de ácido ortofosfórico (90% w/w) y 0,05%
 (v/v) Triton X-45.en agua fué preparada. La emulsión fué
 rociada sobre paneles de acero dulce revestidos en frío has-
 ta que se alcanzó un nivel^{de} líquido uniforme. Se dejó estar
 5 la emulsión sobre los paneles durante 10 segundos y después
 los paneles fueron secados con un chorro de aire de alta pre-
 sión. Se dejaron reposar los paneles durante 1 hora a tempe-
 ratura ambiente. Se encontró que se había depositado sobre
 10 la superficie de acero 58 mg/m² de dioctil sebacato. Estos
 paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabili-
 dad y resistencia al óxido arriba detallados y se obtuvieron
 los siguientes resultados.

(a) Pintabilidad

Condiciones	Ensayo	Acero desengra- sado con tri- cloroetileno	Acero tratado como arriba
20 Ambiente	Impacto inverso	55 mm ² separados	65 mm ² separados
	Erichsen	Grado 3	grado 1
1 día de remojo en agua	Impacto inverso	SLA	85 mm ² separados
	Erichsen	grado 5/SLA	grado 4

1
5
10
15
20
25
30



407627

- 37.-

1

(b) Resistencia al óxido.

5

Condiciones	Acero desengrasado con tricloroetileno	Acero tratado como arriba
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	2	1
7 días a 85-90% RH	5	3

10

Ejemplo 18

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebacato, 0,1% (v/v) de ácido ortofosfórico (88%) y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua fue preparada.

15

Paneles de acero dulce reducido en frío (promedio de la línea central 60 micropulgadas) se sumergieron en la emulsión durante 10 segundos; escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se encontró que se había depositado sobre la superficie de acero 83 mg/m² de dioctil sebacato.

20

Una emulsión conteniendo 1% (v/v) de dioctil sebacato y 0,05% (v/v) de Triton X-45 en agua también se preparó. Paneles de acero dulce reducidos en frío, que habían sido fosfatados (500 mg/m²) fueron sumergidos en esta emulsión durante 10 segundos, escurridos y secados estuvieron verticalmente durante 1 hora a temperatura ambiente. Se halló que se habían depositado sobre los paneles de acero fosfatado, 42 mg/m² de dioctil sebacato.

25

Estos paneles de acero fueron sometidos a los ensayos de pintabilidad y resistencia al óxido arriba detallados.

30



407627

1

dos según se indica en las tablas C y D.

(a) Pintabilidad

5

Revestimiento	Ensayo	Acero desengrasado con tricloroetileno (60 micropulgadas)
Laca de óxido Rojo	Ambiente	20
	Impacto	
	Inverso 1 día w/s	55
	7 días w/s	65
Rojo	Ambiente	2
	Erichsen 1 día w/s	2
	7 días w/s	3

10

15

TABLA C

20

25

30

Acero desengrasado con tricloroetileno (15-18 micropulgadas)	Acero fosfatado/ ^{sumergido} en emulsión de dioctil sebacato (15-18 micropulgadas)	Acero corriente sumergido en emulsión de dioctil sebacato/ácido fosfórico (60 micropulgadas)
0	40	0
0	65	20
0	75	1
0	4	2
0	5	1
0	5	1



407627

- 39.-

1

(d) Resistencia al óxido

TABLA D

5

Condiciones	Acero fosfatado sumergido en emulsión de dioctil sebacato	Acero corriente sumergido en emulsión de dioctil sebacato y ácido fosfórico
Inmediato	1	1
24 horas a 85-90% RH	1	1
7 días a 85-90% RH	1	1

10

15

EJEMPLO 19

Fueron cortados paneles a partir de chapa de acero dulce de calidad comercial laminada en frío, teniendo un grosor de 1,25 mm.

20

Parte de dichos paneles fueron sumergidos durante 5 segundos en un baño conteniendo agua del grifo, 0,02% de Triton X-400 y los respectivos tantos por ciento de ácido, mencionados en la tabla, que figura más abajo. Entonces fueron secados los paneles.

25

Otros paneles fueron tratados de la misma manera, pero el tratamiento fué seguido de una inmersión durante 5 segundos en una solución conteniendo 5 g. de dioctil sebacato en un litro de metiletilcetona. Después se dejaron secar los paneles. Esto dió por resultado una capa de dioctil sebacato de 80 - 100 mg/m². Todavía otros paneles fueron tratados primero con dioctil sebacato y después con ácidos, ca-

30



14

407627

- 40. -

1 da uno de la manera descrita arriba. Finalmente los paneles de acero, que no habían recibido ningún tratamiento y los paneles sumergidos solamente en la arriba mencionada solución de dioctil sebacato fueron incluidos como referencia.

5 Los paneles fueron expuestos al aire libre bajo un cobertizo protector contra la lluvia durante 5 días después de lo cual se determinó visualmente el tanto por ciento de la superficie oxidada. Los resultados se indican en la tabla siguiente:

10

		% Oxido		
Tratamiento		Tratamiento sin dioctil sebacato	Agente fosfatador seguido por dioctil sebacato	Dioctil sebacato seguido de agente fosfatador
Tipo	gr/1			
ningún ácido	-	100	90	90
H ₃ PO ₄ 85%	1	90	20	30
Acido polifosfórico (82% P ₂ O ₅)	1	90	20	20
20 Acido fosforoso 30%	1	90	30	25
Granodina 20	30	95	5	5
(1)				

25

(1) Condiciones de acuerdo con las instrucciones del proveedor en el plazo de 4 minutos de tiempo de inmersión a 90° C.

Algunos de los paneles fueron revestidos subsiguientemente con una capa de 25 - 30 micras de una pintura gris

30



407627

- 41.-

1

basada en alquido.

5

24 horas después de almacenar los paneles, fueron sumergidos durante 24 horas en agua destilada, teniendo una temperatura de 40° C. Después se efectuó el ensayo de corte de Erichsen de 7,0 mm. con el fin de determinar el tanto por ciento de pérdida de adherencia de laca.

10

Por medio de una cinta sensible a la presión, la pintura de pobre adherencia, si es que la había, fué separada y la pérdida de adherencia determinada, según se ilustra de acuerdo con el método descrito en la tabla de referencia I.

Los resultados se mencionan abajo.

TRATAMIENTO

Pérdida de adherencia de pintura

15

Tipo	gr/1	Agente fosfatador seguido por dioc-til sebacato	Diocetil sebacato seguido por agen-te fosfatador.
H ₃ PO ₄ 85%	1	3	4
Acido polifosfó rico (82% P ₂ O ₅)	1	3	4
Acido fosforoso 30%	1	5	4
Granolina 20	30	5	5

20

25

ningún tratamiento

SLA

EJEMPLO 2o

30

Con el fin de demostrar el rendimiento mejorado lubricante del invento, cuando se aplica al acero para el



1
5
10
15
20
25
30

uso en el moldeo de metal se usaron los métodos establecidos para comprobar la lubricidad, tanto en embutición profunda, como en el modo de moldeo de estirado para deformación según se describe por:

J. C. WRIGHT (Sheet Metal Industries, 38, No. 414, Octubre 1,961, p. 731 - 741)

D.H. LLOYD (Sheet Metal Industries, 39, No. 419, Marzo 1.962 p. 158 - 166),

J F. WALLACE (The British Iron and Steel Research Association Report, No. MW/E/62/55),

U. S. RAO (Sheet Metal Industries, 44, No. 486 Octubre 1,967, p. 673 - 678).

Fueron preparados discos de acero de 55 mm. de diámetro en juegos tomados a través de la anchura de bandas de acero dulce reducido en frío siendo cada juego desengrasado al vapor de tricloroetileno y tratado, como se muestra en la tabla, que sigue más abajo. Juegos de muestras fueron también incluidos sin ningún lubricante aplicado y con película de polietileno de baja densidad, grosor 100 /um aplicado a ambas caras,

Tratamiento de acero	Concentración de aceite (mg/m ²)
Acero limpio	-
Crodafluid [®] G6938 aplicado en exceso	-
Tellus 15 ^x aceite aplicado en exceso	-

Diocetil sebacato aplicado como película delgada desde una emulsión conteniendo 1% v/v de diocetil sebacato y 0,05% de v/v

407627



1	Tratamiento de acero Concentración de aceite (mg/m ²)	
	Triton X-45	73
5	Crodafluid G6938 aplicado como película delgada desde una emulsión conteniendo 0,25% v/v de Crodafluid G6938 y 0,05% v/v Triton X-45	21
	Aceite Tellus 15 aplicado como película delgada desde una emulsión conteniendo 1% v/v de Triton X-45	23
10	Dioctil sebacato y ácido ortofosfórico aplicado de acuerdo con el invento desde una emulsión conteniendo 1% v/v de dioctil sebacato, 0,1% v/v de ácido ortofosfórico (90%) y 0,05% v/v de Triton X-45 en agua.	114
15	Crodafluid G6938 y ácido ortofosfórico aplicado de acuerdo con el invento desde una emulsión conteniendo 0,25% v/v de Crodafluid G6938, 0,1% v/v de ácido ortofosfórico (90%) y 0,05% v/v de Triton X-45 en agua	30
20	Aceite Tellus 15 y ácido ortofosfórico aplicados de acuerdo con el invento desde una emulsión conteniendo 1% v/v de Aceite Tellus 15, 0,1% v/v de ácido ortofosfórico (90%) y 0,05% v/v de Triton X-45 en agua	58
25	<p>Polietileno de baja densidad 100/um de grosor aplicado a cada cara del disco</p> <p>Tratado con ácido ortofosfórico por inmersión en una solución acuosa de 0,1% v/v de ácido ortofosfórico (90%)</p>	-
30	<p>≡ Crodafluid G 6938 obtenido de Croda Chemical Limited</p> <p>* Aceite Tellus 15 obtenido de Shell-Mex y B.P. Limited.</p>	



407627

1
5
10
15
20
25
30

Las propiedades lubricantes de estos tratamientos fueron medidas usando una máquina de ensayos hidráulicos de Erichsen W126 equipada con medios para medir carga aplicada y datos de desplazamiento.

Se comprobó la lubricación formada por estiramiento, usando los ensayos de aplicación de ventosa de Erichsen sobre muestras de un diámetro de 55 mm, siendo la evaluación por la profundidad del tiro al fallo y a la máxima carga aplicada. Una gran profundidad de tiro y una ^{baja} carga máxima son indicaciones de lubricación eficaz, siendo el ideal la película de polietileno de baja densidad. La lubricación de embutición profunda fué comprobada usando la máquina de Erichsen con las herramientas de tiro de ventosa de 33 mm. y muestras de 55 mm. de diámetro. La lubricidad relativa de los diversos sistemas fué evaluada en términos del trabajo, hecho al conseguir el tiro y en términos de la carga de tiro de punta. Bajos valores de trabajo efectuado y carga de punta son indicaciones de eficaz lubricación, siendo el ideal la película de polietileno de baja densidad.

Los resultados obtenidos para el ensayo de embutición profunda se ilustran diagramáticamente en la tabla siguiente.

En todos los casos investigados el rendimiento lubricante del invento fué superior a aquel de los componentes aplicados independientemente y fué generalmente superior a los sistemas, en que se aplicaron altas concentraciones de aceites a la superficie de acero.



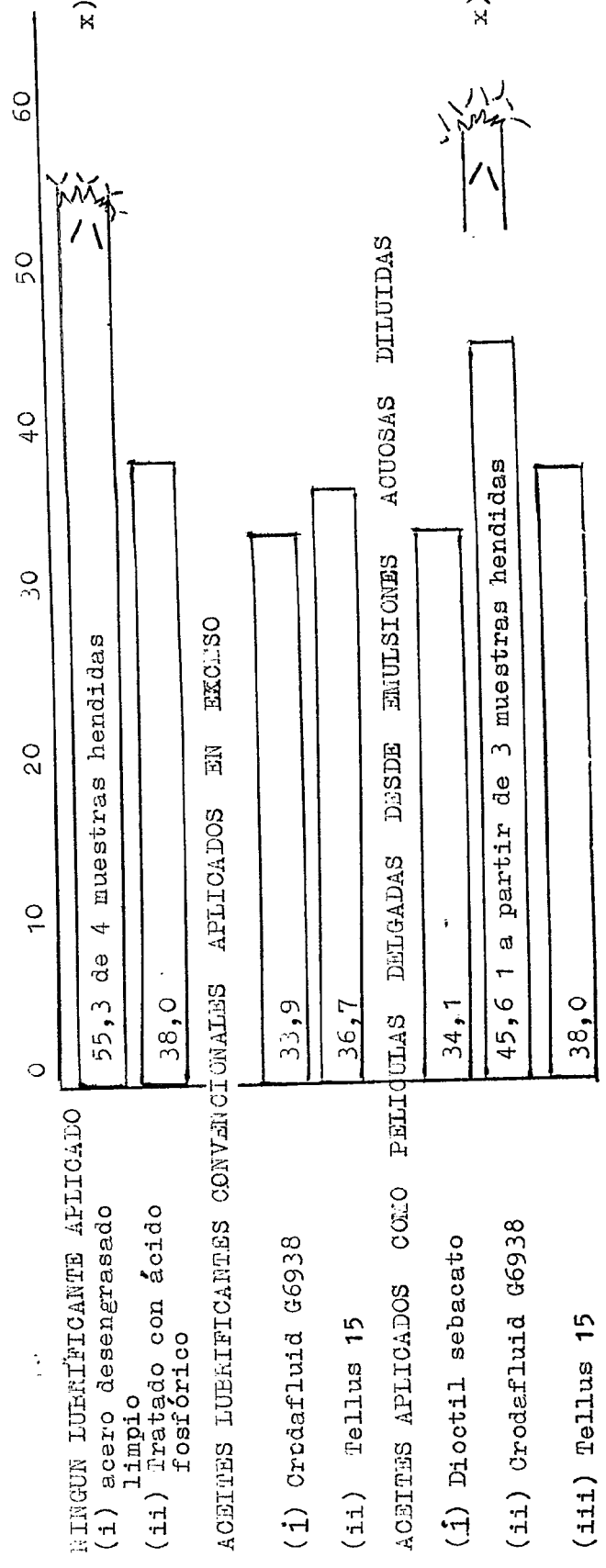
407627

1
5
10
15
20
25
30

ENSAYO DE EMBUTICION PROFUNDA.

Fuerza máxima aplicada. (unidades arbitrarias)

TRATAMIENTO DE ACERO



407627



- 45 bis

30 25 20 15 10 5 1

ENSAYO DE EMBUTICION PROFUNDA

..... continuación

Fuerza máxima aplicada. (unidades arbitrarias)

TRATAMIENTO DE ACERO

ACEITES APLICADOS DE ACUERDO CON EL INVITO

(i) Dioctil sebacato

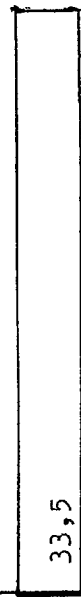
n(ii) Crodafluid G6938

(iii) Tellus 15

EJEMPLO DE LUBRIFICANTE EXTRAORDINARIAMENTE BUENO

Película de polietileno

0 10 20 30 40 50 60



33,5

32,5

32,0

27,8

0 10 20 30 40 50 60

Fuerza máxima aplicada (unidades arbitrarias)

x) muestra (s) fallaron en estirarse y se hendieron bajo carga.



407627

- 46.-

1

N O T A .

La presente patente de invención consta de las siguientes reivindicaciones:

5

1.- Procedimiento para el tratamiento previo de superficies metálicas por aplicación de un agente fosfatizador y un material aceitoso, caracterizado porque se aplica el agente fosfatizador y el material aceitoso de modo simultáneo o separado, pero excluyendo sistemas, en que se deposite más de 50 mg/m² de agente fosfatizador en una etapa separada, directamente sobre el metal o en combinación con más de 150 mg/m² de material aceitoso.

10

15

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se aplica una combinación de material aceitoso y agente fosfatizador.

20

3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por utilizar dioctil sebacato como material aceitoso.

4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplear un sistema fosfatizador acelerado.

5.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque se usa una solución acuosa de 0,01-1,4% por volumen de ácido fosfórico como agente fosfatizador.

25

6.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque se usa un agente fosfatizador conteniendo NaNO₂ y NaNO₃, como acelerador.

7.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-6, caracterizado por aplicar 5-100 mg/m² de material aceitoso.

30



407627

- 47.-

- 1 8.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-7, caracterizado por aplicar el material aceitoso y el agente fosfatizador desde una emulsión acuosa.
- 5 9.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-8, caracterizado por aplicar el material aceitoso y el agente fosfatizador desde una solución en un agua conteniendo disolvente.
- 10 10.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1-9, caracterizado por aplicar 0,01-40 mg. de fosfato por m².
- 10 11.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado por partir de acero, cuya superficie ya está provista del material aceitoso.
- 15 12.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 - 11, caracterizado por usar un exceso de agente protector de modo que se anulen los efectos indeseables de cualquier contaminante al aplicar la capa protectora.
- 20 13.- Procedimiento, según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque un acelerador fosfatizador está presente sobre el acero, usado como el substrato que deba protegerse.
- 25 14.- Procedimiento, según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el procedimiento se usa solo parcialmente.
- 25 15.- Procedimiento, según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se consigue lubricidad controlada por selección de un material aceitoso adecuado.
- 30 16.- Procedimiento, según una o varias de las rei-



1572

407627

- 48.-

1

vindicaciones precedentes, caracterizado por poner en contacto, el agente protector con el substrato durante un periodo hasta 3 minutos.

5

17.- Procedimiento, según una o varias de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por poner en contacto el agente protector con el substrato durante un periodo hasta 30 segundos.

10

18.- "Procedimiento para el tratamiento previo de superficies metálicas".

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de cuarenta y ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

15

Madrid, a

14 . . 1972

CARLOS ROEZA
P. P.

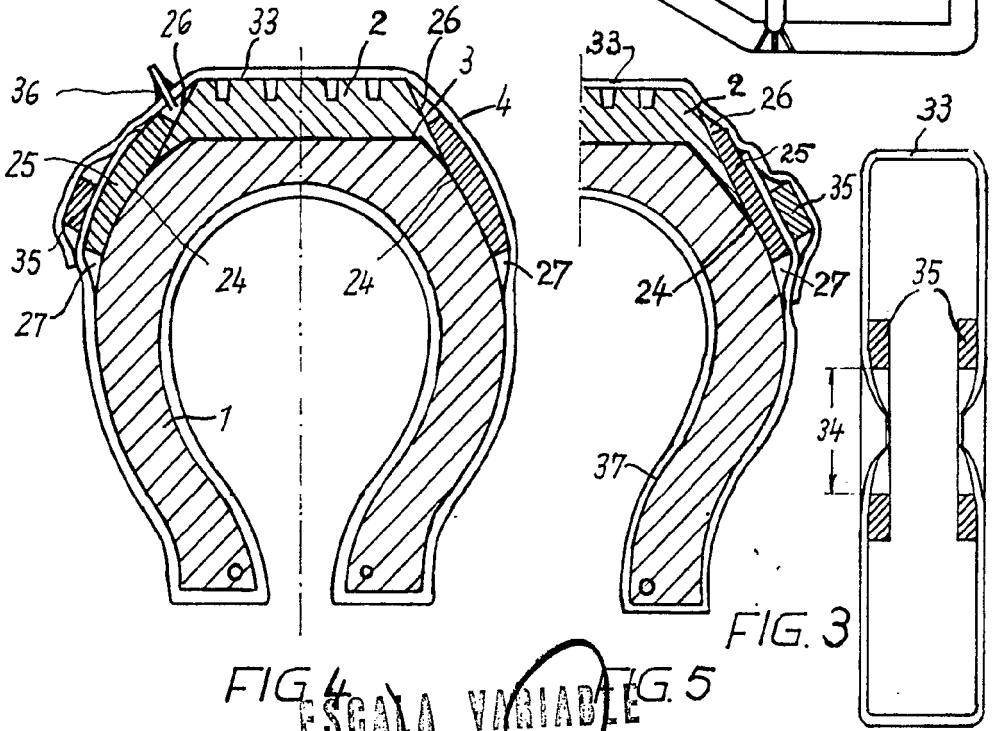
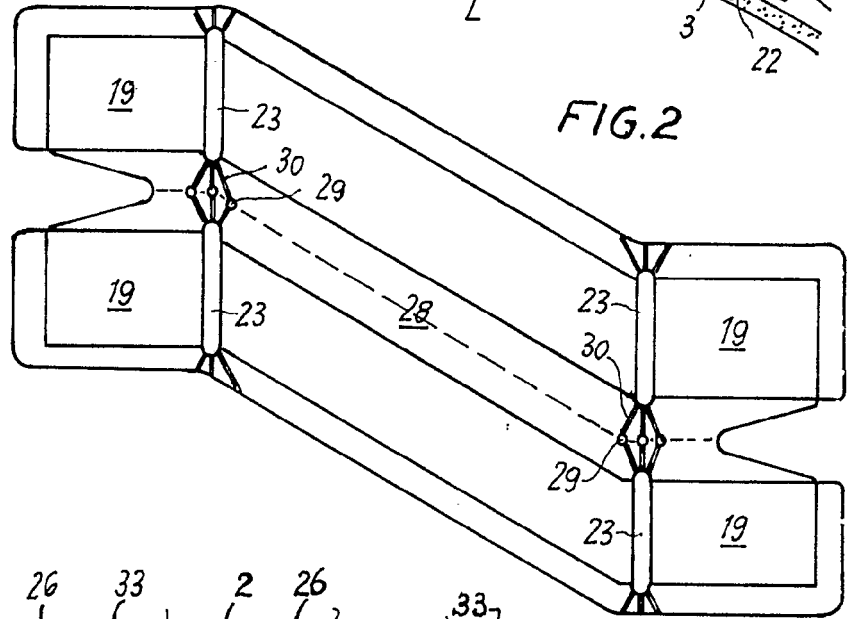
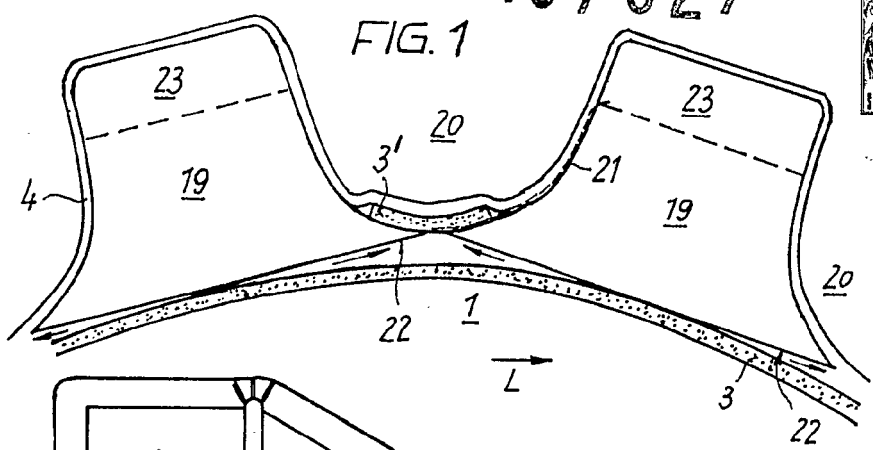
Fdca: Francisco del Pozo

20

25

30

407627 14



ESCALA VARIABLE

CARLOS ROEB
P. P.

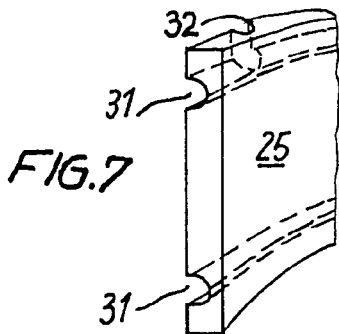
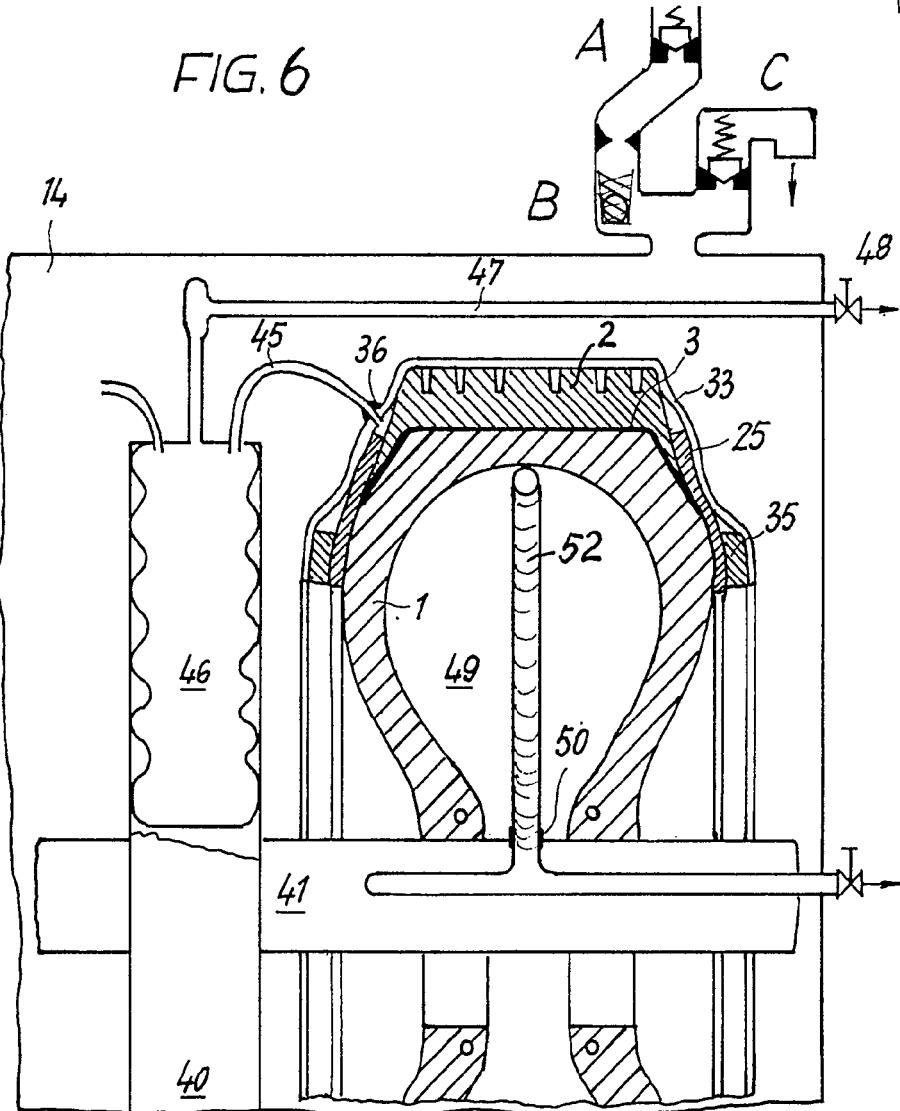
[Handwritten signature]

Foto.: Francisco del Pozo

407627



FIG. 6



ESCALA VARIABLE

CARLOS ROEB
P. P.

Fdo.: Francisco del Pozo

407627

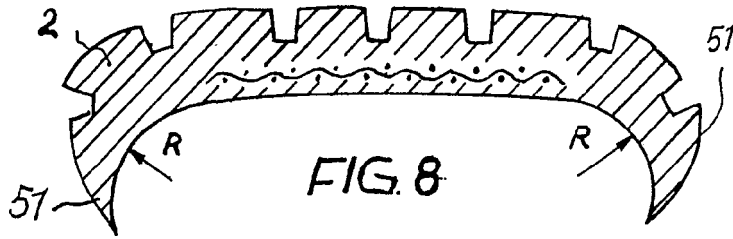


FIG. 8

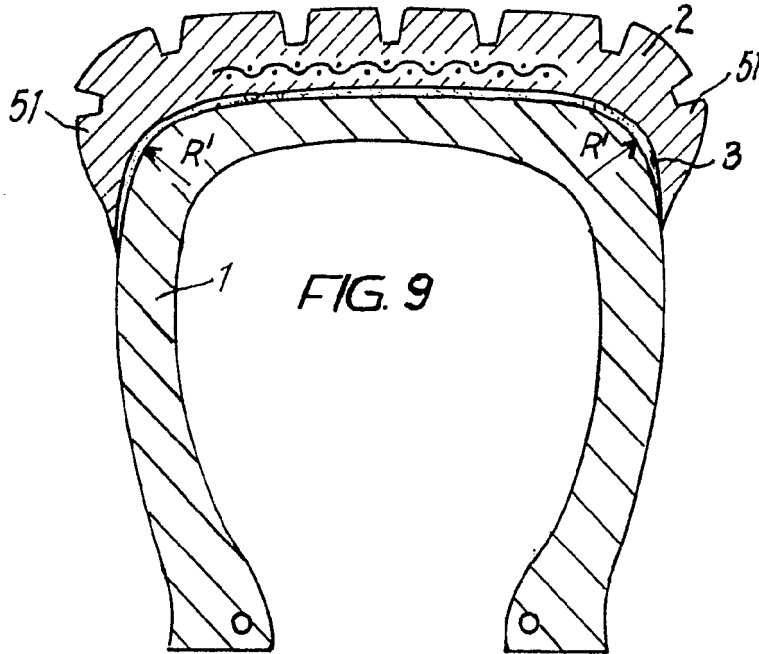


FIG. 9

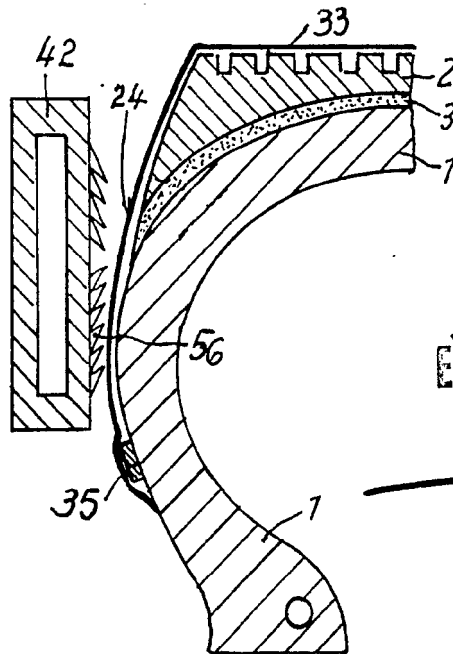


FIG. 10

ESCALA VARIABLE

CARLOS ROEB
P. P.

Fdo.: Francisco del Pozo