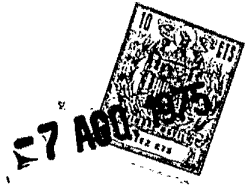


REF.: 246.154



413872

F.C. 5-11-75

Int. Cl.² B.44D

NUMERO 413.872

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: DIAMOND SHAMROCK CORPORATION

Domicilio: 1100 SUPERIOR AVENUE.-CLEVELAND/OHIO/
ESTADOS UNIDOS.

Enunciado: UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION
DE REVESTIMIENTO LIQUIDA PARA APLICACION
A UN SUSTRATO METALICO.

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense
nº 246.154 del 21 de abril de 1.972.

l.a.

413872



RESUMEN DE LA INVENCION

1

5

10

Esta invención se refiere a composiciones de revestimiento que se preparan, en términos generales, a partir de un componente precursor en forma de composición líquida al que se le añade un concentrado adaptado para ser mezclado con dicho componente precursor. El concentrado contiene metal pulverulento y una cantidad mucho menor de un eter de celulosa soluble en agua, conteniendo preferiblemente un líquido orgánico adicional dispersable en agua. El componente precursor puede ejemplificarse por una solución de un ácido inorgánico tal como ácido crómico, en agua.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

15

20

25

Hasta el momento se vienen utilizando metales en forma pulverulenta en mezclas, por ejemplo en un medio líquido con ácido crómico, para obtener un revestimiento aplicable a sustratos metálicos. Esto puede aportar al sustrato resistencia a la corrosión y ha sido descrito en la Solicitud de Patente Estadounidense, N° de Serie 96.967. Las composiciones de revestimiento son en general dispersiones de polvo metálico finamente dividido o escamas metálicas en agua o t-butanol. Estas composiciones, que se caracterizan por tener sustancialmente una base acuosa y contener partículas metálicas, pueden mejorarse mediante mezclado con un líquido orgánico de alto punto de ebullición. Esto da lugar a un incremento en las características de revestimiento, tal como se ha descrito por ejemplo en la solicitud de Patente Estadounidense N° 173.243.

30

En la Patente Estadounidense N°. 3.318.716 se describen composiciones que constan en líneas generales de -

413872



-7

1 escamas de aluminio, un glicol polímero y un agente humectante. Estos concentrados, usualmente en forma de pasta o líquido, pueden usarse en pequeñas cantidades como composiciones antiespumantes y pigmentadoras. La pasta o líquido se
5 añade a la composición de revestimiento tal como las dispersiones de resina en agua. Estas composiciones de revestimiento conteniendo resina y otras composiciones similares - indicadas para proteger sustratos metálicos, pueden también
10 contener, por ejemplo, compuestos inorgánicos tales como ácido fosfórico o ácido molibdicco, o sales metálicas de dichos ácidos. Estos compuestos inorgánicos son también útiles combinados en composiciones de revestimiento con un material particulado, por ejemplo, polvo de aluminio, tal como se ha descrito en la Patente Estadounidense 3.248.251.

15

SUMARIO DE LA INVENCION

Los concentrados de pigmento, tales como las composiciones discutidas más arriba, descritas en la Patente Estadounidense 3.318.716, pueden ser útiles para impartir cantidades minoritarias de pigmento a una composición de revestimiento. También exhiben propiedades antiespumantes cuando se utilizan de esta manera. Sin embargo, cuando el metal
20 particulado es utilizado en la composición de revestimiento en dosis más elevadas, tal como se describe en la Solicitud de Patente antes mencionada, Nº de Serie 96.967, dicho metal particulado ofrece una combinación deseable de características de revestimiento que van más allá de la simple pigmentación. Cuando las características de revestimiento resultan incrementadas de manera adicional por el mezclado
25 con una cantidad incrementada de metal particulado en es-

30

413872-7



1 camas en un medio acuoso y frecuentemente con otros líqui-
dos de revestimiento e incluso, cuando dichas mezclas van
acompañadas por la adición de cantidades menores de agen-
tes humectantes, se tropieza de nuevo con problemas de for-
5 mación de espuma.

Se aporta ahora una composición mejorada que puede
ser utilizada en forma concentrada y en dicha forma puede
ser fácilmente mezclada con otros ingredientes líquidos,
en una composición de revestimiento exhibiendo excelente -
10 supresión de espuma durante el mezclado. Dicha composición
concentrada suministra también composiciones de revestimien-
to líquidas de base acuosa que pueden ser aplicadas a un -
sustrato, incluyendo aplicación por inmersión-revestimiento,
de manera que del análisis del revestimiento fresco y del
15 análisis del baño de revestimiento, se deduce una correla-
ción deseable casi paralela en lo que se refiere a las con-
centraciones de los ingredientes de revestimiento en el ba-
ño y en el revestimiento fresco aplicado. Esto es particu-
larmente difícil de conseguir, por ejemplo en revestimien-
20 to por inmersión, en baños que contienen concentraciones
aumentadas de metal particulado.

Más ampliamente, la presente invención se refiere
a una composición concentrada adaptada para ser mezclada
con un precursor de revestimiento líquido, formando una
25 composición de revestimiento líquida para aplicación a un
sustrato metálico, conteniendo este concentrado, excluido
el medio líquido, entre alrededor de 0'1 y 3 por ciento en
peso de eter de celulosa soluble en agua y escamas de metal
pulverulento. La invención está asimismo dirigida a los -
30 concentrados que contienen líquidos orgánicos dispersables

413872



1 en agua y tienen una relación en peso de metal en escamas
a líquido orgánico entre alrededor de 1:4 y alrededor de
4:1, siendo el líquido orgánico dispersable en agua un
5 compuesto orgánico de alto punto de ebullición y estando
dicho punto de ebullición por encima de los 100°C a la
presión atmosférica.

La presente invención está dirigida adicionalmente
a la preparación de composiciones de revestimiento que uti-
lizan dicha composición concentrada así como a las composi-
10 ciones de revestimiento acuosas y revestimientos aplicados
que se obtienen con ellas.

Los sustratos a los que se dirige la presente in-
vención, para ser recubiertos con composiciones de revesti-
miento, son los sustratos metálicos a los que se puede
15 aplicar en términos generales un ácido inorgánico más un
metal pulverulento, en forma de revestimiento líquido, con
el fin de incrementar la resistencia a la corrosión de di-
chos sustratos metálicos, aunque pueden ser recubiertos
otros tipos de sustratos. Por conveniencia, el compuesto
20 orgánico de alto punto de ebullición, como se describirá
más en particular posteriormente, se denomina aquí frecuen-
temente como "hidrocarburo de alto punto de ebullición" sim-
plemente.

25 DESCRIPCIÓN DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

Los éteres de celulosa solubles en agua, y más es-
pecialmente aquellos de importancia comercial, pueden cla-
sificarse dentro del tipo de los iónicos, tal como la car-
boximetilcelulosa sódica, y los aniónicos. Estos últimos
30 incluyen los hidroxialquiléteres, como por ejemplo la hi-

413872 -



1 droxietylcelulosa, así como los de tipo alquílico de los
que es ejemplo la metilcelulosa. Aunque los de tipo ióni-
co son los más hidrofílicos, pueden ser precipitados de las
5 soluciones en presencia de iones metálicos. Consecuentemen-
te, especialmente en lo que se refiere a composiciones de
revestimiento acuosas preparadas a partir de ácido crómi-
co, los éteres de celulosa no-iónicos son los preferidos.

Además los éteres hidroxialquílicos son particular-
mente preferidos debido a su mejor solubilidad tanto en -
10 agua fría como caliente.

Los éteres de celulosa solubles en agua se han co-
nocido primeramente en la industria como espesantes, por
ejemplo, en pinturas látex y composiciones adhesivas. Se
admite también que especialmente los éteres alquílicos son
15 algo tensoactivos pretendiéndose en vista de esta actividad
que al menos alguno de estos éteres en general son útiles
sin inducir o aumentar los problemas de formación de espu-
mas. Se reconoce sin embargo que tales éteres pueden exhi-
bir actividad superficial, particularmente en un medio acuo-
20 so y que pueden en consecuencia tener tendencia a causar -
problemas de espumas en tales sistemas. En tales casos pue-
den ser recomendables los agentes antiespumantes.

En el trabajo conexionado con el alcance de esta in-
vención en particular se ha observado que los agentes ten-
soactivos, incluyendo los agentes tensoactivos no-iónicos,
25 son sólo capaces de una actividad mínima, más bien que una
supresión enérgica de la formación de espuma durante la pre-
paración de composiciones de revestimiento acuosas. Así, -
los aductos de poliéteres polietoxi modificados líquidos,
30 incluso en cantidades de hasta el 5 por ciento en volumen,

413872-7



1 aunque mejoran la dispersabilidad de los ingredientes de la
composición, se muestran incapaces en cuanto a la supresión
de espuma deseada.

5 En consecuencia, teniendo en cuenta todo lo ante-
rior, la acción de los éteres de celulosa solubles en agua
como reductores de espuma y, especialmente, la drástica re-
ducción que se logra durante la preparación de las composi-
ciones de revestimiento, resultó ser realmente inesperada.

10 Por razones de economía, las composiciones de re-
vestimiento contienen preferiblemente menos de aproximada-
mente el 3 por ciento en peso, basado en el peso total de
la composición de revestimiento, de eter de celulosa solu-
ble en agua. Para incrementar la supresión de espuma, tales
15 composiciones contienen el eter de celulosa en cantidad su-
perior a alrededor del 0'01 por ciento en peso, también ba-
sado en el peso total de la composición de revestimiento.
Cuando la preparación de la composición de revestimiento su-
pone mezclar una composición concentrada con un precursor -
de revestimiento de base acuosa, dicho concentrado contie-
ne, sin contar algo de agua, entre alrededor del 0'1 y el
20 3 por ciento en peso del eter de celulosa soluble en agua.
Esto ha demostrado que aporta cantidades ventajosas de eter
de celulosa en la composición acuosa de revestimiento final-
mente preparada, mientras que asegura que no estarán presen-
tes cantidades superiores a alrededor del 3 por ciento en
25 peso de dicho eter. Preferentemente, por razones de eficien-
cia y economía, el eter de celulosa soluble en agua es uno
de los del grupo que incluye hidroxietilcelulosa, metilce-
lulosa, metilhidroxipropilcelulosa, etilhidroxietilcelulosa,
30 metiletilcelulosa, o mezclas de estas sustancias.



1 La formación del concentrado suministra material ap-
to para ser mezclado con un precursor de composición de re-
vestimiento acuoso. Esta mezcla forma la composición de re-
vestimiento para aplicación a sustratos metálicos. El pre-
5 cursor de la composición es en términos genéricos una compo-
sición que es útil para su aplicación a un sustrato metálico,
incluso prescindiendo del mezclado con el concentrado. Por -
ejemplo, la composición puede ser simplemente una solución
de ácido crómico en agua. Tal como se ha descrito, por ejem-
10 plo, en la Patente Estadounidense 3.351.504, una solución -
acuosa de tal naturaleza es útil para formar una película
en la superficie del sustrato metálico apta para unir subsi-
guientemente al mismo materiales termoplásticos que de otra
manera serían difíciles de fijar al metal.

15 Se ha notado sin embargo que cuando los precursores
de la composición acuosos se mantienen a un pH inferior a -
aproximadamente 2'5, tienden a establecer, cuando no está
presente el éter de celulosa soluble en agua en la operación
de mezclado, una evolución ligeramente mayor de espuma y/o
20 una espuma más persistente. En consecuencia, cuando vayan
a ser utilizadas dichas composiciones acuosas en la presen-
te invención, es especialmente ventajosa la presencia de -
éter de celulosa soluble en agua.

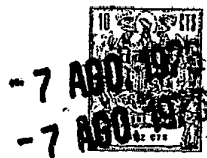
25 Las composiciones líquidas a las cuales ha de ser
añadido el concentrado son mezclas íntimas en un medio lí-
quido de un compuesto inorgánico soluble en agua, siendo -
un ejemplo de estos compuestos el mencionado más arriba.
El compuesto debe aportar, como cantidad mayoritaria del
compuesto en solución, una sustancia de cromo, aunque se
30 considera que cantidades menores, por ejemplo 25 por ciento

413872 - 7



1 en peso o menos de tal compuesto, pueden ser aportadas
por soluciones tales como las de ácido molíbdico. Son -
de especial interés las composiciones acuosas conteniendo
5 los casos ácido crómico como sustancia mayoritaria apor-
tadora de cromo hexavalente. Aunque estas composiciones
acuosas de particular interés pueden contener sólo una -
pequeña cantidad, por ejemplo 5 gramos por litro de cromo
hexavalente, expresado como Cr O_3 y, pueden contener has-
10 ta 100 gramos por litro de composición de cromo hexavalen-
te, expresado como Cr O_3 , dichas composiciones contienen
típicamente desde alrededor de 10 hasta alrededor de 60
gramos por litro de cromo hexavalente, expresado como CrO_3 .

15 Para constituir el medio líquido, el agua aporta
la cantidad preponderante de dicho medio líquido, siendo
preferiblemente sólo una cantidad muy inferior del medio,
otro material líquido. De esta forma, los medios acuosos,
contienen en términos generales menos de aproximadamente
10 por ciento de otros líquidos por ejemplo, t-butanol, y
20 líquidos orgánicos inertes, es decir, líquidos tales que no
resulten fácilmente oxidados en solución orgánica ácida,
incluyendo hidrocarburos halogenados líquidos, algunos
de los cuales han sido discutidos en las Patentes Esta-
dounidenses 2.762.732 y 3.437.531. Una cantidad sustan-
25 cial de líquido en un medio líquido acuoso, es decir, has-
ta un 50 por ciento en volumen basado en el volumen total
de líquido en el medio acuoso puede ser aportada sin em-
bargo por un líquido orgánico dispersable en agua. Dicho
líquidórgánico, cuando está presente, aporta también sus-
30 tancialmente por encima de alrededor del 5 por ciento en



1 volumen, sobre una base similar, de dicho líquido total.

Es más importante que este compuesto orgánico de alto punto de ebullición tenga un punto de ebullición a presión atmosférica superior a 100°C. El compuesto orgánico debe ser además fácilmente dispersable en agua y preferiblemente soluble en agua. Tales compuestos orgánicos tal como se usan, son aquellos que son retenidos durante el desecado sobre el sustrato recubierto en cantidad y duración suficiente para permitir la participación del hidrocarburo en la formación del revestimiento. Esta participación puede ejemplificarse en el revestimiento por reducción de cromo del estamo hexavalente al trivalente.

Los compuestos orgánicos contienen carbono, oxígeno e hidrógeno y tienen al menos un constituyente que contiene oxígeno que puede ser hidroxilo u oxo, o un grupo eter de bajo peso molecular, es decir, un grupo eter C_1-C_2 . Dado que se persigue la dispersabilidad en agua y preferiblemente la solubilidad en agua, los hidrocarburos polímeros no son particularmente adecuados de manera que los hidrocarburos que pueden servir ventajosamente contienen menos de aproximadamente 15 átomos de carbono. Entre los hidrocarburos particulares que pueden estar presentes en las composiciones acuosas de revestimiento se incluyen di y tripropilenglicol, los éteres monometílico, dimetílico y etílico de estos glicoles, así como de diacetona alcohol, los éteres de dietilenglicol de bajo peso molecular y mezclas de los compuestos citados.

El metal pulverulento en escamas, por ejemplo, cinc en escamas o aluminio en escamas, o mezclas de dichas escamas, menos preferiblemente por protección galvánica e -

413872-7



1 impregnabilidad, son típicamente aquellos metales en forma pulverulenta que tienen un grosor del orden de 0'1-0'3 micras y más típicamente un tamaño no sustancialmente superior a 15 micras en su dimensión más larga. Las escamas
5 de aluminio, también denominadas frecuentemente como pigmento de aluminio laminar, han sido discutidas, por ejemplo, en la Patente Estadounidense 2.312.088. Las escamas pueden mezclarse con polvo de metal particulado, pero de forma característica, sólo en cantidades minoritarias de
10 polvo, y dicho polvo debe tener un tamaño de partícula tal que todas las partículas pasen las 100 mallas y una porción mayoritaria pase las 325 mallas ("mallas" se usa aquí en el sentido de la U.S. Standard Sieve Series (Serie de Tamices Normalizados Estadounidense)). Las partículas
15 de polvo son generalmente esféricas en contraste con las características laminares de las escamas.

Las composiciones de revestimiento de interés particular contienen una cantidad de metal pulverulento que no excede de unos 500 gramos de metal por litro de
20 medio líquido de composición de revestimiento. Una cantidad superior supone aumentar el costo sin un incremento significativo en la protección del sustrato recubierto.

Tales composiciones de revestimiento pueden aplicarse al sustrato metálico por cualquier procedimiento
25 convencional de revestimiento de un sustrato con un líquido, por ejemplo, revestimiento por inmersión, revestimiento con rodillo o revestimiento inverso con rodillo o técnicas combinadas como, por ejemplo, técnicas de pulverización y brocha. De forma típica, la composición se aplica
30 por simple inmersión del artículo dentro de la composición.

413872



1 La superficie metálica puede ser una superficie metálica
precalentada con el fin de favorecer el curado de la com-
posición, o la composición de revestimiento puede ser apli-
cada a partir de un baño calentado, por ejemplo, uno calen-
5 tado hasta 200°F (93°C).

La composición de revestimiento puede contener -
cierta cantidad y, generalmente contiene hasta, por ejemplo,
aproximadamente 0'05 por ciento en volumen, basado en el -
líquido total de la composición, de un agente tensoactivo.
10 Dicho agente puede estar presente en cantidad tan pequeña
como 0'0005 por ciento en volumen, también referido al lí-
quido total. Los agentes que provocan la dispersión del me-
tal pulverulento son aductos polietoxi, de los que son ejem-
plos los alquilfenoxipolietoxialcanoles, y derivados de -
15 los mismos, algunos de los cuales se describen en la Paten-
te Estadounidense 3.281.475. Tales agentes son noiónicos y
tienen entre alrededor de 7 y 50 unidades oxietileno en la
molécula. Es ventajoso, para mejor dispersabilidad que el
agente esté presente en la composición de revestimiento en
20 cantidad entre alrededor de 0'001 y 0'02 por ciento en volu-
men, referido al líquido total.

Como se deduce de lo dicho hasta ahora, los ingre-
dientes para el revestimiento completo pueden combinarse
en envases separados, por ejemplo, un sistema de dos enva-
25 ses de los que uno contenga el precursor de la composición
líquida de revestimiento y el otro envase contenga el eter
de celulosa soluble en agua y el metal pulverulento; cada
envase puede contener adicionalmente una cantidad de agen-
te tensoactivo, o éste puede estar todo en el envase que
30 contiene el metal. Cuando el metal pulverulento está en un

413872-7



1 medio acuoso, es preferible que esté presente también en
el envase un compuesto orgánico de alto punto de ebulli-
ción. En el mezclado de los ingredientes, es siempre pre-
ferible que el agente tensoactivo esté presente para ayu-
5 dar a la dispersión del metal pulverulento en la composi-
ción.

Pueden estar presentes otros compuestos en el pre-
cursor de la composición líquida de revestimiento pero, -
incluso en combinación, para algunos precursores de la com-
10 posición de revestimiento líquida, aquéllos están presentes
en cantidades francamente minoritarias. Debido a esto, no
afectan demasiado de forma perjudicial a la integridad del
revestimiento, por ejemplo, en lo que respecta a la elec-
tro-conductividad y protección galvánica. Así, algunas com-
15 posiciones deben estar sustancialmente libres de resinas y
pueden estar sustancialmente libres de pigmentos, es decir,
contienen poco si no nada de pigmento o resina, tal como
10 gramos por litro de ambos en total o menos, estando pre-
feriblemente libres de resina. También, dado que la adhe-
20 rencia del metal particulado al sustrato metálico puede lo-
grarse por otra acción, por ejemplo, por la pretendida in-
teracción de una sustancia que aporta cromo con un hidro-
carburo de alto punto de ebullición durante el secado, -
estas composiciones de revestimiento no necesitan contener
25 resina, y tales revestimientos que serán subsiguientemente
provistos de un revestimiento final están siempre virtual-
mente libres de pigmento.

Estos otros compuestos incluyen adicionalmente sa-
les y ácidos inorgánicos así como sustancias orgánicas, em-
30 pleadas frecuentemente de manera típica en el campo del re-



1 vestimiento de metales para impartir cierta resistencia a
la corrosión o mejorar la resistencia a la corrosión en
las superficies metálicas. Dichos materiales incluyen clo-
ruro de cinc, cloruro de magnesio, varios cromatos, por -
5 ejemplo, cromato de estroncio, molibdatos, ácido glutámi-
co, ácido succínico, nitrato de cinc y succinimida, siendo
preferible evitarlos todos ellos, pero si están presentes,
se utilizan usualmente en la composición líquida en una -
cantidad máxima total inferior a 5 gramos por litro.

10 En cuanto al sustrato metálico que contiene el re-
cubrimiento aplicado, la temperatura preferida para el ca-
lentamiento subsiguiente, el cual es también frecuentemente
referido a curado y que debe ser precedido de un secado,
tal como secado por aire, está dentro de los márgenes en-
15 tre alrededor de 400°F (204°C) a una presión de 760 mm. Hg
y no muy por encima de aproximadamente 1.000°F (538°C). Una
temperatura del sustrato tan elevada puede lograrse median-
te precalentamiento del metal antes de la aplicación de la
composición líquida. Sin embargo, dichas temperaturas de -
20 curado no exceden frecuentemente una temperatura dentro -
del intervalo aproximado 450°F - 700°F (232 - 371°C). A tem-
peraturas de curado tan elevadas el calentamiento puede reali-
zarse tan rápidamente como en aproximadamente 0'2 segundos
o menos pero frecuentemente se mantiene durante varios mi-
25 nutos a una temperatura reducida.

Antes de comenzar el tratamiento de la presente in-
vención es, en la mayoría de los casos aconsejable eliminar
materias extrañas de la superficie del metal mediante lim-
pieza perfecta y desengrasado. El desengrasado puede lle-
30 varse a cabo con agentes conocidos, por ejemplo, con agen-



413872

1 tes que contengan metasilicato sódico, sosa caústica, te-
tracloruro de carbono, tricloroetileno y similares. Las
composiciones alcalinas de limpieza comerciales que com-
binan tratamientos de lavado y abrasión suave pueden em-
5 plearse con fines de limpieza, por ejemplo, una solución
limpiadora a base de fosfato trisódico e hidróxido de so-
dio acuosos.

Además del limpiado, el sustrato puede someterse
a limpiado más grabado.

10 Después del calentamiento, el sustrato recubierto
resultante según la presente invención puede ser adicional-
mente provisto de un revestimiento de acabado con cualquier
pintura adecuada, es decir, una pintura, imprimación, inclu-
yendo imprimaciones por electrodeposición, e imprimaciones
15 soldables tales como las imprimaciones ricas en cinc que
pueden ser aplicadas típicamente antes de la soldadura con
resistencia eléctrica, y pinturas tales como esmalte, bar-
niz o laca. Dado que las superficies de metal recubiertas
de la presente invención pueden exhibir una deseable igua-
20 lación en cuanto a la adhesión del recubrimiento de acaba-
do, cuando se comparan, por ejemplo, con el sustrato metá-
lico no recubierto, se aplican frecuentemente pinturas so-
bre dichos sustratos recubiertos. Tales pinturas pueden con-
tener pigmentos en un ligante o pueden carecer de pigmentos,
25 por ejemplo, generalmente lacas de celulosa, barnices de co-
lofonía y barnices oleoresinosos, como por ejemplo barniz
de aceite de tung. Las pinturas pueden ser del tipo de las
que eliminan disolvente o de las que eliminan agua, por -
ejemplo, latex o resinas solubles en agua, incluyendo las
30 alquídicas modificados o solubles, o las pinturas pueden -

413872



1 tener disolventes reactivos tal como en los poliesteres y
poliuretanos. Otras pinturas adicionales que resultan ade-
cuadas y pueden usarse incluyen pinturas al aceite, inclu-
yendo pinturas de resinas fenólicas, alquídicas que elimi-
5 nan disolvente, epoxis, acrílicas, vinílicas, incluyendo
polivinilbutiral y revestimientos tipo aceite-cera tales
como las pinturas aceite de linaza-parafina. Las pinturas
pueden aplicarse como acabados de fabricación.

Los siguientes ejemplos muestran formas en las que
10 la invención se ha puesto en práctica pero no deben inter-
pretarse como limitativas de la misma. En los ejemplos se
han empleado los siguientes procedimientos.

Preparación de las muestras para ensayo

Las muestras para ensayo se preparan de manera tí-
15 pica para el subsiguiente tratamiento, mediante inmersión
en agua a la que se han incorporado 2 - 5 onzas (56 - 141 gra-
mos) de solución limpiadora por galon (3.8 litros) de agua.
La solución limpiadora contiene por lo general 75% en peso
de hidróxido potásico y 25 por ciento en peso de fosfato -
20 tripotásico. El baño se mantiene a temperatura de alrededor
de 150° - 180°F (65 - 82°C) y durante la limpieza el baño
puede ser agitado mecánicamente. Después del tratamiento de
limpieza los paneles se enjuagan con agua caliente y se se-
can.

25 Aplicación del revestimiento a las muestras de ensayo y pe-
sado del revestimiento.

Las muestras limpias se recubren de manera típica
colocándolas en un cesto de alambre y sumergiendo el cesto
en la composición de revestimiento, sacando el cesto y dre-
30 nando el exceso de composición con un ligero movimiento de

413872-7



1 durante 5 minutos sin que acompañe a este mezclado una formación significativa de espuma. Por separado, se añaden 50 gramos de ácido crómico a 400 ml. de agua desionizada con agitación mecánica moderada.

5 A la pasta de escama de cinc se añade lentamente, con agitación mecánica moderada, 300 ml de solución predisuelta en agua conteniendo 2 gramos de hidroxietilcelulosa (HC) espesante; el espesante es un polvo coloreado entre crema y blanco que tiene un peso específico de 1'38 - 1'40 a 20/20°C, una densidad aparente de 22 - 38 libras/pié cúbico (aproximadamente 0'35 - 0'61 gramos /cm³), y todas las partículas pasan a través de las 80 mallas Estadounidenses. Tampoco aquí se percibe visualmente formación indeseable de espuma durante este mezclado.

10

15 Seguidamente, la solución de ácido crómico se añade lentamente sobre la mezcla cinc en escamas/ HC espesante acompañando con agitación mecánica moderada, y la espuma que se desarrolla durante este mezclado se desnata y se mide; análogamente, se repite el procedimiento completo, pero sin utilizar la HC espesante. Cuando se desnata la espuma del último mezclado y se mide, se encuentra que es alrededor de ocho veces mayor, en volumen, en comparación con la mezcla preparada con la HC espesante.

20

25 Cada mezcla, es decir, tanto la que contiene como la que no contiene la HC espesante, se utiliza para revestir diez tornillos de graduación 8 de 1-1/16 pulgadas - (2'70 cm.) de largo por aproximadamente 1/4 de pulgada - (0'63 cm.) de diámetro en el extremo fileteado y que tienen 7/8 de pulgada (2'23 cm.) de fileteado en el vástago, rematado por otra sección de vástago liso de 5/8 de pulgada

30

413872



1 (1.58 cm) que termina en la cabeza del tornillo.

Para cada mezcla, los tornillos se recubren por el método de revestimiento aumentado tal como se describió antes y el revestimiento se curó durante 20 minutos
5 a 550°F (288°C). Por análisis, tal como se describió anteriormente, se determina que los tornillos tienen un revestimiento medio de 1500 mg/sq. ft. (1.61 mg/cm²) del baño que contiene HC espesante. Por observación visual,
10 los tornillos recubiertos en el baño con HC muestran tener un recubrimiento uniforme, muy brillante y con la adherencia que se pretende como deseable.

Tanto para el baño con HC como para el baño de comparación, la relación en peso de cinc a cromo, expresado como cromo metálico, es de 14:1. En los revestimientos se determina esta relación por difracción de rayos -X
15 en un Porta-Spec. manufacturado por Pickford Corporation. El haz de rayos-X se ajusta según el ángulo adecuado para determinar cromo y cinc y es inicialmente calibrado con revestimientos que contienen cantidades conocidas de estos
20 elementos. El instrumento se adapta a una unidad de conteo y los valores obtenidos para cada revestimiento en particular se traducen a miligramos por pie cuadrado por comparación con una curva prerespresentada. Para el baño con HC la relación de cinc a cromo en los tornillos se
25 encuentra que está en el intervalo entre 14:1 y 15:1 basado en dos determinaciones. Sin embargo el revestimiento obtenido con el baño de comparación tiene solamente una relación de cinc a cromo de 8.8:1.

41387.2



1

EJEMPLO 2

5

Se mezclan 350 gramos de las escamas de cinc descritas en el Ejemplo 1 con 210 ml. de dipropilenglicol más 4 ml. del humectante descrito en el Ejemplo 1. Esta mezcla se lleva a cabo con agitación vigorosa de esfuerzo continuo. Por separado se añaden 50 gramos de ácido crómico a 350 ml. de agua desionizada con agitación mecánica moderada.

10

A la pasta de cinc en escamas se añaden entonces lentamente, con agitación mecánica moderada simultánea, 350 ml. de una solución predisuelta en agua que contiene 3 gramos de hidroxietilcelulosa (HC) espesante descrita en el Ejemplo 1. Seguidamente la solución de ácido crómico se añade lentamente a la mezcla escama de cinc/HC espesante, acompañando con una moderada agitación mecánica y la espuma que se desarrolla durante este mezclado se desnata y se mide.

15

20

De la misma manera se repite el procedimiento completo, pero sin usar la HC espesante. La espuma del último mezclado se desnata también y se mide. Se repite el procedimiento completo por tercera vez, pero sin usar ni el di propilenglicol ni la HC espesante. En este procedimiento - el humectante se mezcla con los 350 ml. de agua menos la HC espesante predisuelta y la escama de cinc se dispersa entonces directamente en esta mezcla. Después de la adición de la solución de ácido crómico a esta mezcla, se añade suficiente agua adicional para completar en volumen y suplir el glicol suprimido. También en este caso, la espuma del último mezclado se desnata y se mide.

25

30

Los resultados de este ensayo se muestran en la Tabla siguiente.



1

TABLA

<u>Mezcla</u>	<u>Glicol</u>	<u>HC Espesante</u> ^x	<u>Espuma, ml./litro</u>
A	No	No	275
B	Si	No	120
5 C	Si	Si	30-35

x Hidroxietilcelulosa

10

La reducción de espuma que aumenta desde la mezcla A hasta la mezcla C es realmente notable e inesperada. Además, la reducción en la formación de espuma al pasar de la mezcla B a la mezcla C es altamente deseable y no estaba prevista. En consecuencia, la presencia de la HC espesante suprime muy ventajosamente el indeseado problema de espuma, incluso en la mezcla que contiene glicol.

15

En resumen, la Patente de invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

20

1. Un método para preparar una composición de revestimiento líquida para aplicación a un sustrato metálico, incluyendo dicho método las etapas de constituir una composición precursora líquida de un compuesto inorgánico soluble en agua, que aporta cromo como parte de dicho compuesto en medio líquido, y mezclar dicho precursor de revestimiento, mientras se suprime la formación de espuma durante la preparación, con una composición concentrada que contiene, excluido el medio líquido entre alrededor de 0'1 y 3 por ciento en peso de eter de celulosa soluble en agua y metal pulverulento en escamas.

25

30

2. El método de la reivindicación 1 en el que dicho precursor de revestimiento se constituye en medio acuoso y dicho concentrado se prepara con un líquido orgánico disper-

7 ABO 1975

413872

1 sable en agua, y la composición concentrada resultante con-
 tiene una relación en peso del metal en escamas a dicho lí-
 quido orgánico entre alrededor de 1:4 y 4:1, siendo dicho
5 líquido orgánico un compuesto orgánico de alto punto de ebu-
 llición que tiene un punto de ebullición por encima de 100°C
 a la presión atmosférica.

10 3. El método de la reivindicación 1, en el que di-
 cho precursor de la composición se constituye a un pH infe-
 rior a alrededor de 2.5 mezclando ácido crómico en un medio
 acuoso.

15 4. El método de la reivindicación 1, en el que dicho
 mezclado imparte por encima de alrededor de 100 gramos de
 escamas metálicas por litro de composición de revestimiento
 líquida preparada.

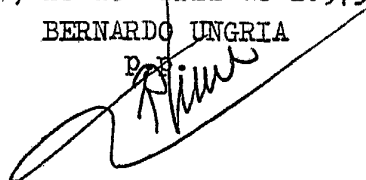
20 5. Se reivindica por último como objeto sobre el que
 ha de recaer la patente de invención que se solicita por:
 UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DE REVESTIMIENTO LI-
 QUIDA PARA APLICACION A UN SUSTRATO METALICO.

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
 sente memoria descriptiva que consta de veintidos páginas
 mecanografiadas.

Madrid, 18 de abril de 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.º



30

30

