



41000

NUM. _____
=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

Int. Cl.: C23 C//B05 B

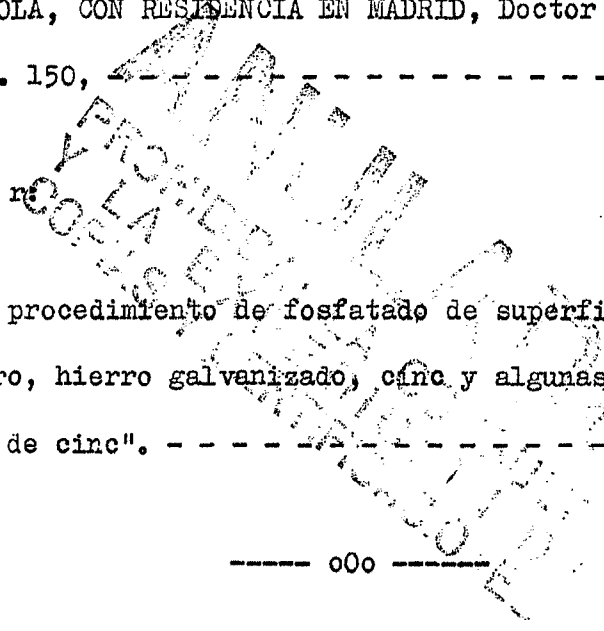
D E

PATENTE DE INVENCION POR VEINTE AÑOS, A NOMBRE DE
DON BUENAVENTURA MARTIN RUIZ, DE NACIONALIDAD ES
PAÑOLA, CON RESIDENCIA EN MADRID, Doctor Esquerdo,
núm. 150, -----

p o r

"Un procedimiento de fosfatado de superficies de
acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleacio
nes de cinc". -----

----- ooo -----





La invención tiende a facilitar un arte de producir un recubrimiento de fosfato de cinc en superficies de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas de sus aleaciones en orden a proteger los indicados metales contra la corrosión, a más de que resulte apropiado el mismo recubrimiento como base para pintura, aceite, cera, etc.

Así, por ejemplo, piezas de acero, tales como carrocerías de automóviles, cajas de frigoríficos o lavadoras y también piezas menudas, pueden tratarse por una solución fosfatante, ya sea por inmersión o pulverización, de manera que la superficie metálica tratada quede cubierta por una película cristalina de fosfato de cinc.

El tiempo requerido para obtener un recubrimiento satisfactorio se encuentra comprendido entre menos de 1 a 10 minutos, dependiendo de factores tales como temperatura, concentración de sales fosfatantes, concentración del acelerador y composición química del baño de fosfatar, así como del método de aplicación y otros que se exponen más adelante, sin perjuicio de que los recubrimientos más satisfactorios se obtengan a una temperatura de 65 52 C.

La solución del baño de fosfatar se prepara diluyendo en agua una solución fosfatante concentrada de la composición siguiente:

- Agua 3,0 l
- Oxido de cinc 1,1 Kg



	Acido fosfórico, 85 %	2,3 l
	Fosfato diamónico	0,18 Kg
	Fosfato dipotásico	0,02 Kg
	Fosfato disódico hidratado ...	0,04 Kg
30	Hierro y otros elementos	Trazas

Esta solución concentrada se prepara de la siguiente manera:

A 2,5 l. de agua se agregan 1,1 Kg de óxido de cinc y se agita hasta formar una pasta, agregándose a continuación 2,2 l. de ácido fosfórico de 85 % y agitándose hasta que quede una solución incolora. Aparte, se disuelven en 0,5 l. de agua, 0,18 Kg de fosfato diamónico, 0,02 Kg de fosfato dipotásico y 0,04 Kg de fosfato disódico, se agregan a continuación 0,1 l. de ácido fosfórico de 85 % y esta solución se mezcla con la primera.

La reacción en cuestión se prepara en escala industrial, en un reactor de acero inoxidable y, en cualquier caso, la concentración de cinc en el baño de fosfatar ha de ser de 5 - 7 g/l. determinándose dicha concentración de cinc del modo siguiente:

Se pipetan 2 ml. de solución del baño previamente filtrada y se vierten en un erlenmeyer, se añaden 100 ml. de agua destilada y se neutraliza con sosa cáustica, NaOH, 0,1 n frente a fenolftaleína. A continuación, se agregan 0,5 g. de cloruro amónico, 2 ml. de amoníaco del 25 % y se titula inmediatamente con EDTA 0,1 m. frente a negro de eriocromo T.

La alimentación del baño con la solución del concentrado de sales fosfatantes deberá hacerse, siempre que sea posible, con una bomba dosificadora en orden a mantener constantemente la concentración de cinc en el límite prefijado.

Durante el proceso de fosfatado se consumen fosfatos, ácido fosfórico y, además, un llamado acelerador consistente, a su vez, en una solución que se prepara como sigue:



A 20 l. de peróxido de hidrógeno, H_2O_2 , del 6 %, se agrega 1 litro de solución de ácido pertitánico, $TiO_2 (PO_4)_2H_4$, que tiene una concentración de 0,01 g. de titanio/ml., siendo la solución de ácido pertitánico o su mezcla con el peróxido de hidrógeno, estables.

La concentración de acelerador en el baño de fosfatar será de 0,03 - 0,15 g/l. expresado como H_2O_2 , determinándose la concentración de peróxido de hidrógeno en el baño de fosfatar en la forma siguiente:

Se pipetan 10 ml. de solución del baño, previamente filtrada, y se vierten en un erlenmeyer, se añaden 2 ml. de ácido sulfúrico, H_2SO_4 , (1:1) y una gota de solución de sulfato de titanio, $Ti(SO_4)_2$, 2 m., un color amarillo que indica la presencia de peróxido de hidrógeno, titulándose a continuación con permanganato potásico 0,025 n.

La alimentación del baño con el acelerador ha de hacerse, siempre que sea posible, con una bomba dosificadora, manteniendo constantemente la concentración de peróxido de hidrógeno en el límite prefijado.

Durante la fosfatación se agrega al baño de fosfatar una sustancia tensoactiva LUTENSOL AP-10 de la BASF, detergente no-iónico, que se agrega a una cadencia tal que solo produzca una espuma moderada.

Después de preparar un baño nuevo y ajustadas las condiciones de temperatura, concentración de cinc y acelerador, se deja transcurrir una hora antes de proceder a una filtración, luego de añadir al baño 0,01 g/l. de detergente, realizándose entonces la filtración de acuerdo con los esquemas de instalación al propósito, así como continuamente para conseguir el mismo recubrimiento uniforme en todas las piezas.

Finalmente, las piezas fosfatadas se someten a un tratamiento que mejora el acabado y la resistencia a la corrosión, sin perjuicio de que también la pintura se apli



1070

que mejor y cubra más uniformemente.

El baño del indicado tratamiento final se compone por:

	Acido pertitánico, $TiO_2(PO_4)_2H_4$, expresado	
100	como titanio	0,005 - 0,010 g/l
	Peróxido de hidrógeno	0,03 - 0,15 g/l
	Fosfato dipotásico	5,000 - 10,00 g/l
	Lutensol AP-10	0,01 - 0,05 g/l

105 El ácido pertitánico es el mismo que se emplea para la preparación del acelerador, y por lo que hace a la temperatura del baño viene a ser de 50 - 60° C.

110 En cuanto al control del baño, la concentración de peróxido de hidrógeno se determina de la misma manera que se expresó anteriormente para el baño de fosfatar; el pH de la solución debe ser 7 y se puede determinar con papeles indicadores de pH; y por último, la determinación del titanio se hace por colorimetría, acidulando la muestra con ácido sulfúrico (1:1) para añadir luego una gota de peróxido de hidrógeno del 30 % y comparar la muestra con soluciones de titanio de concentración conocida.

115 El procedimiento de fosfatar propuesto presenta sobre otros conocidos las ventajas detalladas a continuación:

1. La hidrólisis que experimentan las sales fosfatantes en el baño de fosfatar es mínima, y por lo tanto, es mínimo el desperdicio de sales fosfatantes.

120 2. El ácido pertitánico que lleva el acelerador, al entrar en el baño se transforma parcialmente en un precipitado, tratándose de sales complejas de titanio con cationes y aniones molestos para el proceso de fosfatación. Este precipitado junto con el de fosfato férrico que se produce durante el proceso, son retenidos por el filtro absorbiendo también ciertos iones indeseables.

125 3. El consumo de acelerador es mínimo, pues en el proceso en cuestión, al ser eliminadas por filtración diversas sustancias que lo descomponen espontáneamente, el peró-

130



xido de hidrógeno permanece estable en la solución. El de
tergente que se agrega al baño favorece también la estabi
lidad del acelerador.

135 4. Permite trabajar con altas concentraciones de
cinc en el baño de fosfatar, lo cual se traduce por un re
cubrimiento más uniforme y compacto.

140 5. Facilita mayor resistencia del recubrimiento
a la corrosión, debido a que las zonas catiónicas demasia
do activas de la superficie metálica tratada son bloquea
das preferentemente por fosfatos complejos de titanio y
cinc, lo que hace que las imperfecciones del metal queden
contrarrestadas durante el proceso de fosfatado.

145 6. En el método de pulverización, el funcionamien
to de los pulverizadores es más seguro, ya que el líquido
fosfatante que pasa por ellos apenas lleva sustancias sólidas
en suspensión.

150 OBSERVACIONES.- a) El procedimiento de la invención
excluye en toda la línea de fosfatado, desde el desengrase
y limpieza hasta el tratamiento final, sustancias tales como
complexógenos, agentes secuestrantes, detergentes no especi
ficados en la descripción y siliconas, es decir, sustancias
que impidan o interfieran la normal formación de precipita
dos que se producen en este proceso de fosfatado. b) Alimen
tando la línea de fosfatado con agua desmineralizada, el ba
ño de fosfatado puede tener una duración prácticamente inde
finida. c) No se precisan medidas especiales de seguridad
155 para los operarios, ya que en el presente método de fosfatar
no se desprenden vapores nitrosos u otras sustancias tóxicas.

N O T A

160 En resumen, la PATENTE DE INVENCION recaerá sobre



las reivindicaciones siguientes:

1. Un procedimiento de fosfatado de superficies de
acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de
cinc, caracterizado por tratarse las superficies metálicas
165 mediante inmersión o pulverización, con una solución fosfa-
tante que incorpora: una solución concentrada, así como
preparada en un recipiente, tal como un reactor de acero
inoxidable, agregando, a 2,5 l de agua, 1,1 kg de óxido de
cinc y agitando hasta formar una pasta a la que se agregan
170 a continuación 2,2 l de ácido fosfórico de 85 % mientras
se sigue la agitación hasta resultar una solución incolora
a la que se mezcla una solución a su vez obtenida aparte
disolviendo en 0,5 l de agua, 0,18 kg de fosfato diamónico,
0,02 kg de fosfato dipotásico y 0,04 kg de fosfato disódico,
175 amén de 0,1 l de ácido fosfórico de 85 %; un acelerador cons-
tituido por una mezcla estable de peróxido de hidrógeno y
ácido pertitánico; y una sustancia tensoactiva, ta como Lu-
tensol AP-10 de la BASF, detergente no-iónico, que se agrega
al baño de fosfatar durante el proceso de fosfatación a una
180 cadencia tal que sólo produzca una espuma moderada.

2. Un procedimiento de fosfatado de superficies de
acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc,
según la reivindicación 1, en que las piezas, una vez fosfa-
tadas, se someten a un tratamiento o baño de acabado y com-
185 puesto a su turno por 0,005 - 0,010 g/l de ácido pertitáni-
co, expresado como titanio, 0,03 - 0,15 g/l de peróxido de
hidrógeno, 5 - 10 g/l de fosfato dipotásico y 0,01 - 0,05
g/l de un detergente no-iónico, tal como Lutensol AP-10.

3. Un procedimiento de fosfatado de superficies de
190 acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc,
según la reivindicación 1, en que la alimentación del baño
fosfatante se realiza de forma continua, tanto de solución
fosfatante, como de acelerador y detergente, amén de con el
concurso de un utensilio, tal como una bomba dosificadora.

195 4. Un procedimiento de fosfatado de superficies de

mg



1073

acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 1, en que, en la preparación de cada baño y ajustada la condición de temperatura de la concentración de cinc y acelerador entre los
200 60 y 70° C, se deja transcurrir una hora y, luego de añadir el detergente no-iónico, se procede a una filtración cont
nua con ayuda de una instalación al prpósito.

5. Un procedimiento de fosfatado de superficies de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de
205 cinc, según la reivindicación 1, en que la concentración de cinc en el baño de fosfatar ha de ser de 5 - 7 g/l, determinándose dicha concentración mediante el pipetado de 2 ml de solución del baño previamente filtrada, que se vier
ten en un erlenmeyer en donde se añaden 100 ml de agua des-
210 tilada, se neutraliza con 0,1 n de sosa cáustica frente a fenolftaleina, a continuación se agregan 0,5 g de cloruro amónico, 2 ml de amoniaco del 25 % y se titula inmediatamente con EDTA 0,1 n frente a negro de eriocromo T.

6. Un procedimiento de fosfatado de superficies
215 de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 1, en que la concentración de acelerador en el baño de fosfatar ha de estar compre
ndida entre 0,03 y 0,15 g/l y se determina esta concentración pipetando 10 ml de solución del baño previamente filtrada,
220 que se vierten en un erlenmeyer en donde se añaden 2 ml de áci
do sulfúrico (1:1), una gota de solución de sulfato de tita-
nio, 2 m, un color amarillo como indicador de la presencia de peróxido de hidrógeno y, a continuación, se titula con 0,025 n de permanganato potásico.

7. Un procedimiento de fosfatado de superficies de
225 acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 2, en que la temperatura del baño de tratamiento final se halla comprendida entre los 50 y 60° C.

230 8. Un procedimiento de fosfatado de superficies de

ME



acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según las reivindicaciones 2 y 6, en que la concentración del acelerador, expresado como peróxido de hidrógeno en el tratamiento final, ha de estar comprendida
235 entre 0,03 y 0,15 g/l, determinándose esta concentración de igual manera que en la preparación del baño de fosfatar.

9. Un procedimiento de fosfatado de superficies de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 2, en que la concentración
240 de titanio en el tratamiento final ha de estar comprendida entre 0,005 y 0,010 g/l, determinándose la misma por colorimetría, es decir, acidulando la muestra con ácido sulfúrico (1:1), para añadir luego una gota de peróxido de hidrógeno del 30 % y compararla con soluciones de titanio de
245 concentración conocida.

10. Un procedimiento de fosfatado de superficies de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 2, en que la concentración
250 de fosfato dipotásico en el baño de tratamiento final, ha de estar comprendida entre 5 y 10 g/l.

11. Un procedimiento de fosfatado de superficies de acero, hierro galvanizado, cinc y algunas aleaciones de cinc, según la reivindicación 2, en que el pH de la solución
255 del tratamiento final debe ser 7, que se puede determinar sencillamente por medio de papeles indicadores de pH.

12. "UN PROCEDIMIENTO DE FOSFATADO DE SUPERFICIES DE ACERO, HIERRO GALVANIZADO, CINC Y ALGUNAS ALEACIONES DE CINC", sustancialmente como queda descrito y reivindicado
260 en la presente Memoria, que consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 6 de Junio de 1973

Por DON BUENAVENTURA MARTIN RUIZ

El mandatario:

FRUSTO SIMÓN VALLADARES

P. P.