



416946

F.C.-8-7-75

Int. Cl. 2. C 09D

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA PINTURA FOSFATANTE-PASIVANTE DE IMPRIMACION ANTICORROSIVA", a favor de D. JUAN BUFI GURDO y D. JUAN PLANAS LLAGOSTERA, ambos de nacionalidad española, domiciliados en MATARO (Barcelona), República Dominicana, 10.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presenta invención se refiere a un tipo de pintura fosfatante-pasivante, apta para la imprimación anticorrosiva, que reúne en un solo producto las funciones y propiedades que habían requerido, hasta la fecha, la intervención de dos productos de distinta composición, en aplicación por separado después de un intervalo de varias horas entre cada una.

Su novedad radica en que cumple con todas las exigencias del mejor baño fosfatante pasivante aplicado como revestimiento de imprimación, primero de los existentes has

1416946

= 2 =



ta la fecha, a mínima pigmentación en películas de 7 a 10 micras de espesor, y las exigencias del más resistente producto de imprimación anticorrosivo de fondo, así mismo en primera aplicación, con mayor porcentaje de pigmentación de activa función anticorrosiva duradera en películas de 20 a 30 micras en su residuo seco.

5.

Presenta pues una gran ventaja simplificadora en la moderna tecnología de pre-tratamiento y de primeras imprimaciones, especialmente para estructuras de cualquier metal, en especial para acero, y aplicable sobre aluminio, cinc, superficies galvanizadas, cobre y latón, mostrando así mismo gran adherencia y protección en maderas, superficies pétreas, etc.

10.

Normalmente, una imprimación fosfatante-pasivante, de las ya conocidas, con  $\pm 4$  a 6% de pigmentos, deja las superficies fosfatadas a mínimo de espesor de película y requiere otras capas de protección para permanecer un mínimo de tres o cuatro meses a la intemperie, resistiendo pocas semanas en ambientes agresivos como los de la construcción naval y aeronáutica, o en industrias afectadas por ataques de ácidos, álcalis, disolventes, etc.

15.

20.

El objeto de la presente invención eleva esta imprimación hasta un  $\pm 10$  a 12% de pigmentos, en una sola operación que recoja todas las propiedades de la imprimación fosfatante y aporta las que le faltan para conseguir protecciones de más de 12 meses en ambiente ultraagresivos, mejorando todo su conjunto de propiedades.

25.

El producto está integrado por dos componentes, uno de ellos constituido por una pintura de alta viscosi-

416946



dad y el otro integra un catalizador ácido-diluyente-secan-  
te.

En la composición del primer componente participan  
las siguientes resinas:

5. - Polivinilbutirales en la proporción de un 14%,  
que se transforma en un 7% de la composición correspondiente  
al producto final.

10. Tales resinas polivinilbutirales, según normas y  
procedencia, deben permanecer, por sí y con el resto de la  
formulación, en exacto equilibrio de su grado de acetaliza-  
ción y de los grupos de hidroxilo.

- Durofenólicas, en la proporción de un 5%, que se  
transforma en un 2,5% de la composición correspondiente al  
producto final.

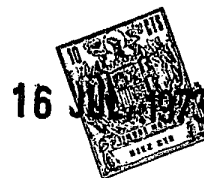
15. Su misión es aportar a la simple imprimación carac-  
terística de los polivinilbutirales, dureza y especial resis-  
tencia física a las agresiones mecánicas, tales como golpes,  
abrasión, roces por transporte, etc. Proporciones superiores  
a las indicadas convertirían la película del residuo seco en  
20. quebradizo, y proporciones inferiores a las mismas la harían  
más vulnerable a las rozaduras.

- Epoxídicas, en proporción de un 2%, que se trans-  
forma en un 1% de la composición correspondiente al producto  
final.

25. Su función es de apoyo anticorrosivo, cuando el  
tratamiento de imprimación deba resistir, sin posterior  
cobertura, más de 14 meses a la intemperie, especialmente  
en la construcción naval.

Los dos últimos grupos de resinas, durofenólicas

416946



y epoxídicas, por su exigua cantidad y fácil diluición, se incorporan ya en los pigmentos coloreados, con objeto de facilitar su dosificación en el proceso de obtención.

5. Los pigmentos integrantes de la composición objeto de la invención, están constituidos sobre su masa total, por un 78% de sales de cinc, en forma de óxidos, fosfatos, cromatos y tetracromatos; un 14% de sales de hierro en forma de óxidos y un 8% de silicatos inorgánicos compuestos metálicos y minerales, éstos últimos formados por talco y caolín.

10. El total de pigmentos en este componente representa un 24% que se transforma en un 12% de la composición correspondiente al producto final.

15. El capítulo de diluyentes en este componente, está constituido por: Disolventes aromáticos, tales como xileno y tolueno; una mezcla de alcoholes superiores, en forma de propílico y etílico con predominancia del primero, en la relación de 4 a 1 entre ambos.

20. Estos diluyentes constituyen el 55% de la composición del componente, pero su volatilidad durante el proceso de fabricación los reduce hasta poco más del 45%.

25. En su realización, el procedimiento objeto de la invención comprende una serie de fases complejas, de alta delicadeza por las características en sí del proceso y por el costoso material necesario para llevarlo a cabo, el cual en muchos casos sufre un elevado nivel de destrucción.

En una primera fase del procedimiento, se realiza la dispersión y disolución de la resina polivinilbutiral en la masa disolvente, después de un período de maceración, a muy baja velocidad y turbulencia. Es conveniente evitar

416946

16



5. la reducción de sus buenas cualidades por el calor desprendido en la dispersión debido a la creciente viscosidad del sistema, hasta alcanzar lentamente la disolución total, sin sedimentos, espumas ni flotaciones. La dispersadora utilizada debe disponer de velocidad variable y discos de diámetro igual o superior a  $1/3$  de la cuba en que se realiza la operación.

10. En una segunda fase, una vez conseguida la masa homogeneizada, sin calentamientos, anterior, se deja reposar durante un período comprendido entre 60 y 100 minutos, para impregnar con ella la composición de pigmentos, debidamente mezclados y homogeneizados en seco en una amasadora planetaria, donde quedarán así mismo uniformadas las resinas sólidas/<sup>de</sup> adición, durofenólicas y epoxi ya referidas, hasta conseguir una pasta apta para refinar en máquina tricilíndrica refrigerada y a mínima velocidad y presión, o en máquina monocilíndrica en parecidas condiciones, para evitar saponificaciones y resecamientos.

15. Las operaciones realizadas en esta fase precisan ser conducidas con absoluta limpieza de máquinas y accesorios y con el máximo de precauciones para evitar la destrucción del material, por la extraordinaria tendencia al secado y gelificación ante las impurezas que presenta el material.

20. Una vez alcanzada la granulometría idónea para funciones simplificadas de pretratamiento en primera imprimación, con máquinas adecuadas automáticas, o en aplicaciones aerográficas, sin incompatibilidades para usar el producto completo en tratamientos manuales, se incorpora la totalidad de pigmentos y resinas al resto de polivinilbutiral previa-

25.

416946

= 6 =

16



mente dispersado, homogeneizando el conjunto a baja turbulencia y continuo movimiento lento, de donde se procede al envasado, a recipiente prácticamente lleno con objeto de encerrar en el mismo la mínima cantidad de aire.

5. La temperatura y la humedad relativa deben ser controladas durante todo el proceso, evitando que se eleven respectivamente por encima de 28°C y a H.R. superior a 75%.

El segundo componente, o catalizador, está integrado por una disolución en agua, de la máxima pureza posible, de ácido fosfórico, a concentración tal que alcance una proporción del 5,8% en peso respecto al componente.

10.

En la preparación de este segundo componente se incorpora una cantidad tal de agua desmineralizada tal que equilibre la solución fosfórica comprendida entre el 13 y el 15%, variable en función directa con el calor ambiente, el índice de volatilización y rapidez de secado requerida, e inversamente con la humedad relativa.

15.

El 85 al 87% restante del componente está constituido por alcoholes superiores, con predominio del isopropílico sobre el butílico y el etílico, normalmente en relación respectiva de 4:2:1, entre los tres.

20.

Su almacenaje se realiza en envases de vidrio protegido o de plástico, y en este caso, en recipientes exentos de electricidad estática.

25.

Para la aplicación de la pintura fosfatante-pasivante objeto de la invención, se mezclan y dispersan mecánicamente ambos componentes descritos, al 50%, vertiendo, en envase no metálico, siempre el segundo componente sobre el primero.

La vida útil de ambos componentes, una vez mezcla-

416946

= 7 =

16



dos, es de aproximadamente 8 horas, a partir de 20 minutos después de su homogeneización, en cuyo período se efectúa la catálisis o reacción química idónea para su aplicación.

5. El secado normalizado más correcto, una vez verificada la aplicación, es de 2,5 a 3 minutos a una temperatura comprendida entre 10 y 12°C.

10. Con objeto de aclarar la delicadeza, que como hemos indicado es preciso utilizar durante el período de fabricación relacionamos algunas de las observaciones más importantes a tener en cuenta:

El primer componente queda destruido por un calentamiento que alcance temperaturas superiores a los 43 a 50°C, por lo que se precisa refrigerar en serpentín o por otro sistema, no contaminante, de refrigeración.

15. Así mismo, durante la preparación del citado primer componente, o bien del producto final durante su homogeneización, puede llegar a producirse la gelificación y deterioro por varios factores, a saber: exceso de temperatura; largo periodo de exposición a la intemperie, en especial en ambientes soleados y de gran humedad relativa; almacenaje en zonas muy expuestas a variaciones bruscas de calor, humedad, etc., contacto con disolventes alifáticos, terpénicos, cetonas y glicoles, así mismo es incompatible con los disolventes clorados; por contacto con aceites y grasas minerales, vegetales y animales. Para aplicaciones extensas, la dispersión de la mezcla 1:1 de los dos componentes es preciso que se realice de un modo mecánico y no manual.
- 20.
- 25.

La pintura fosfatante-pasivante de imprimación anticorrosiva, objeto de la invención y preparada según se

416946

= 9 =



ha descrito, presenta las siguientes características fundamen-  
tales:

Adherencia: 100%, según normas DIN a un mm y medio mm  
de lado en el cuadrado.

5. Secado al tacto: dos y medio a tres minutos.

Oxicorte y soldadura: Excelente. Quema diez mm a cada  
lado.

Cordón limpio. Escaso olor y humo. Molestias mínimas. No tóxi-  
co. Residuo seco sin olor ni sabor.

10. Retoque soldadura: Excelente, solo 15%.

Espesor micras: 25.

Resistencia al doblado: Excelente sobre mandril 3,5mm  $\phi$ .

Resistencia al roce y labrado: Excelente.

15. Anclaje de cualquier pintura sobre la aplicación de la  
pintura de la invención: Excelente al 100%. No se ha encontra-  
do ninguna incompatibilidad con ningún tipo de pintura o masi-  
lla.

Resistencia química: ácidos: 72 horas

bases: resiste

20. disolventes: resiste.

Pruebas de envejecimiento y niebla salina: Ensayo cá-  
mara:

Excelente. No igualado ni superado por otros productos conoci-  
dos.

25. Tiempo de protección-construcción naval en el Mediterrá-  
neo: 12 a 14 meses. No igualado ni superado por otros produc-  
tos conocidos.

Corrosión ambiental (comienzo en la cruz): mayor de 800  
horas.

416946

= 9 =

16



- Número de resultados negativos: Ninguno.  
Calificación: Primero en todos los ensayos.  
Protección anticorrosiva: Muy buena.  
Facilidad de trabajo: Excelente.  
5. Dificultades máximas: No presenta.  
Peso específico: 0,898 kg/litro  
Cubrición teórica: 12 m<sup>2</sup>/kg. - 10,8 m<sup>2</sup>/litro.  
Cubrición real: 8 m<sup>2</sup>/kg - 7,2 m<sup>2</sup>/litro.  
Resistencia térmica: Calcina por encima de los 700°C, y  
10. es base ignífuga cortafuegos.  
Resistencia a embutición: (DIN 53.156): Excelente.  
Resistencia a flexión: (DIN 53.152): Excelente.  
Resistencia a impacto: (DIN 53.154): Excelente.  
Todas las determinaciones de resistencias superiores  
15. en Astilleros han sido realizadas sin capas protectoras sobre la aplicación de la pintura de la invención.

= . =

#### N O T A

20. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:  
1.- Procedimiento para la preparación de una pintura fosfatante-pasivante de imprimación anticorrosiva, caracterizado por combinarse, en última fase y en proporción de 1:1, un agente catalizador, constituido por una disolución de ácido fosfórico en alcoholes superiores, con una composición de  
25. resinas y agentes pigmentarios formada:  
en una primera fase, por una dispersión, totalmente homogénea a disolución total, de una resina de polivinilbutiral en una formulación de disolventes integrada por hidrocar-

A

416946

= 10 =

16



buros aromáticos, preferentemente benceno y xileno, y alcoholes inferiores, de preferencia isopropanol y etanol en relación ponderal 4 a 1; en la realización de cuya fase se aplica un sistema de agitación y turbulencia lenta, con refrigeración a una temperatura de trabajo inferior a 28°C, hasta alcanzar una concentración superior al 14% de polivinilbutiral en la masa disuelta, y

5. en una segunda fase, una parte del producto resultante de la primera, sedimentado durante un período de 1 a 2 horas se combina, a su vez, con una composición sólida, integrada por un componente pigmentario, formado por 78% de compuestos de cinc, preferentemente óxidos, cromatos, fosfatos y tetra-cromatos, 14% de óxidos de hierro y 8% de silicatos metálicos y minerales, seleccionados entre caolín y talco, y un componente resínico, formado por 5% de resinas durofenólicas y 2% de resinas epoxídicas; en cuya segunda fase, las resinas polivinilbutiral combinadas permanecen en exacto equilibrio de su grado de acetalización y de grupos hidroxilo con el resto de componentes; procediéndose, una vez alcanzado un grado de pastosidad apto para su refinación en proceso mono- o tricilíndrico refrigerado, a la combinación con el resto de la dispersión de polivinilbutiral remanente, hasta alcanzar una concentración en dicha resina del 14%, realizándose todo el proceso a temperatura inferior a 28°C y de preferencia en ambiente con humedad relativa inferior al 75%, y

10. en la última fase, una vez completada la combinación con el agente catalizador fosfórico, proceder a su secado a temperatura preferentemente de 10 a 12°C, durante un período de tiempo comprendido entre 2 y 3 minutos.

15.

20.

25.



416946

5. 2.- Procedimiento, según la reivindicación anterior, caracterizado porque el agente catalizador está constituido por una disolución acuosa diluida de ácido fosfórico, en proporción comprendida entre el 13 y el 15%, con proporciones comprendidas entre 85 y 87% de una composición alcohólica, preferentemente integrada por isopropanol, butanol y etanol en relación ponderal 4:2:1 respectivamente, en forma tal que la concentración final de ácido fosfórico alcance un 5 a 6% del agente catalítico.

10. 3.- Procedimiento para la preparación de una pintura fosfatante-pasivante de imprimación anticorrosiva.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

15. Madrid, a 16 Julio 1973

p.a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

mm1.