

425741

1^{er}. CERTIFICADO DE ADICION

Dossier No. 458/73
=====

Int. Cl.: C23F

Memoria Descriptiva

sobre:

Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 406.822, presentada el 19 de septiembre de 1.972, por: PROCEDIMIENTO PARA PONER A PUNTO DISOLUCIONES DE FOSFATO DE SUPERFICIES METALICAS PARCIALMENTE AGOTADAS.

Solicitante: SOCIETE CONTINENTALE PARKER, entidad francesa, residente en 51, rue Pierre 92111 CLICHY, Francia.

5 En la patente principal se ha descrito un procedimiento de preparación de un revestimiento de fosfato sobre una superficie metálica por pulverización de la superficie con una solución de tratamiento que contiene fosfato de zinc y clorato y en el cual la solución de tratamiento es

regenerada durante la operación por adición de una mezcla de regeneración que contiene al menos en parte clorato y agente de neutralización, y una solución acuosa ácida de regeneración que contiene los otros ingredientes necesarios al respecto.

Para el procedimiento según la patente principal, la solución de tratamiento puede contener fosfato, clorato y nitrato de zinc con preferencia en las proporciones siguientes : $P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,2$ a $0,7$; $ClO_3 = 0,2$ a $0,7$ y $NO_3 = 0,1$ a $0,4$ y con preferencia la relación del ácido total al ácido libre, medida en puntos, se halla comprendida entre 8 y 25. Las proporciones son proporciones ponderales y los puntos de ácido total y de ácido libre se definen como el número de centímetros cúbicos de solución N/10 de hidróxido de sodio necesarios para valorar una muestra de 10 centímetros cúbicos de la solución cuando se utilizan respectivamente como indicadores de fenolftaleína y el azul de bromofenol. En el caso de tales soluciones de tratamiento, está indicado que la solución ácida de regeneración contenga preferentemente zinc, fosfato y nitrato en las proporciones siguientes: $P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,2$ a $0,7$ y $NO_3 = 0,01$ a $0,08$ y que la regeneración total en clorato esté preferentemente comprendida entre 0,01 y 0,15 ($P_2O_5 = 1$).

La firma solicitante ha comprobado actualmente que en particular en operaciones de larga duración, es a veces deseable, para mantener la composición deseada de la solución de tratamiento, utilizar cantidades más importantes de nitrato en la solución de ácido de regeneración que las mencionadas en la patente principal. Según el presente invento, el nitrato en la solución ácida de regeneración -

es de más de 0,08 a 0,3 ($P_2O_5 = 1$).

Según el presente invento, los puntos de ácido total en la solución de tratamiento representan de 5 a 25 veces, con preferencia de 5 a 22 veces, y más particularmente de 7 a 15 veces, los puntos de ácido libre. Como es sabido, es deseable que las soluciones de tratamiento del metal contengan concentraciones absolutas en fosfato particulares, y, según el presente invento, el fosfato (calculado en P_2O_5) debe estar presente en la solución de tratamiento en una cantidad comprendida entre 3 y 25 g/litro.

En la patente principal, se menciona que la solución de tratamiento puede igualmente contener fluoruro en las proporciones: $P_2O_5 = 1$ y $F = 0,1$ a $0,4$ y que la solución de regeneración contiene de manera apropiada fluoruro en las proporciones: $P_2O_5 = 1$ y $F = 0,02$ a $0,08$. La solicitante ha descubierto ahora que en particular, si una proporción significativa, como por ejemplo 15% o más, de la superficie metálica total a tratar es aluminio, puede a veces ser deseable que la cantidad de fluoruro en la solución ácida de regeneración llegue hasta 0,20 ($P_2O_5 = 1$). La regeneración no debe contener con preferencia más zinc, clorato, nitrato y fluoruro con relación al fosfato que la solución de tratamiento.

En la patente principal, la mezcla de regeneración contiene con preferencia clorato de sodio e hidróxido de sodio y está, en todo caso, con preferencia en forma de una solución acuosa, con preferencia una solución cuyo contenido es sólidos es de al menos 15%, con preferencia 30 a 60% en peso. Como en la patente principal, la solución de tratamiento se utiliza con preferencia a una temperatura

inferior a 65°C, comprende con preferencia fosfato de calcio y es particularmente interesante cuando la superficie de metal es una superficie de hierro. De la misma forma la solución -
ácida de regeneración posee con preferencia un contenido en -
sólidos de al menos 20%, con preferencia un contenido en sólidos de 30 a 60% en peso.

El procedimiento del presente invento puede utilizarse de la misma forma que se describe en la -
patente principal y en particular pueden usarse los mismos in-
gredientes en la solución de tratamiento y la de regeneración
y pueden agregarse a la misma de igual manera. Cuando se apli-
ca el revestimiento antes del depósito de una capa primaria -
de adherencia electroforética moderna, es deseable obtener un
peso de revestimiento de 1,6 a 2,4 gramos por metro cuadrado.
Cuando la composición no contiene aditivo de afinado del re--
vestimiento, el procedimiento según el presente invento posee
tendencia a dar un peso de revestimiento superior a los valo-
res anteriores. Por consiguiente, es en general conveniente -
agregar un aditivo de afinado del revestimiento. Los aditi--
vos preferidos de afinado del revestimiento son ácidos -hi-
droxilados, como por ejemplo el ácido tartárico, y son con --
preferencia agregados a la solución de tratamiento en cantida-
des de 0,3 a 2 gramos por litro. Otros agentes apropiados de
afinado del revestimiento comprenden glicero-fosfatos y fosfa-
tos condensados. Cuando se utiliza un aditivo de afinado del
revestimiento es naturalmente deseable que sea incorporado --
tanto en la regeneración como en la solución inicial de trata-
miento y habitualmente es conveniente que la proporción en la
regeneración sea semejante a la utilizada en la solución ini-
cial de tratamiento.

En un ejemplo de solución inicial de tratamiento para la utilización según el presente invento, -- las proporciones del fosfato, del zinc, del clorato y del hi-- trato, son las siguientes :

5

P_2O_5	Zn	ClO_3	NO_3
1	0,52	0,38	0,22

10

Esta solución contiene tartrato -- -- ($C_4H_4O_6$) en una cantidad de 0,75 gramos por litro y los pun-- tos de ácido total son de 17,5 en tanto que los puntos de áci-- do libre se ajustan a 2,2. Esta solución se utiliza a una tem-- peratura de $45^{\circ}C$ para el tratamiento (por pulverización) de -- artículos de acero durante 90 segundos. Se ha comprobado que -- las proporciones siguientes son apropiadas en la solución áci-- da de regeneración :

15

P_2O_5	Zn	NO_3
1	0,52	0,19

20

La solución de regeneración contiene igualmente tartrato en una cantidad de 0,75 gramos por litro. Se ha comprobado que una mezcla de regeneración apropiada es una solución acuosa que contenga 36% de hidróxido de sodio y 20% de clorato de sodio y esta solución se agrega por separa-- do de la solución ácida de regeneración. Por adición de la so-- lución de clorato de sodio hidróxido de sodio, se mantienen -- los puntos de ácido libre en 2,2 a todo lo largo de la opera-- ción y la regeneración total es de 0,19 ($P_2O_5 = 1$). Los pesos -- constantes de revestimiento de 1,8 a 2,0 gramos por metro cua--

25

30

drado se obtienen a todo lo largo de la operación sobre artículos de acero.

En otro ejemplo del procedimiento según el presente invento, la solución de tratamiento contiene además fluoruro en una proporción de 0,2 ($P_2O_5 = 1$) y en este caso la solución ácida de regeneración contiene además fluoruro en una proporción de 0,14 ($P_2O_5 = 1$). En este caso, la solución de tratamiento se utiliza para el revestimiento de artículos que comprenden a la vez superficies de acero y de aluminio y la proporción de superficie de aluminio tratada es de 30% de la superficie total. Se obtienen de nuevo revestimientos constantes de 1,8 a 2,0 gramos por metro cuadrado a todo lo largo de la operación, a la vez sobre superficies de acero y de aluminio.

Aún cuando el presente invento es ventajoso en el tratamiento del acero, en cuyo caso son particularmente interesantes aditivos de afinado del revestimiento son particularmente interesantes si se halla presente fluoruro, el invento es en cualquier caso particularmente interesante con aluminio, más particularmente cuando se halla presente fluoruro.

En el procedimiento según el presente invento la concentración en fosfato de sodio tiende a crecer en la solución de tratamiento como consecuencia de la adición de hidróxido de sodio para mantener el ácido libre al nivel deseado. Teniendo en cuenta este hecho, es conveniente escoger la composición de regeneración y la cantidad a utilizar de tal manera que se mantenga la concentración en zinc constante incluso si la concentración en fosfato no se mantiene constante.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en --
5 cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace --
constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 27 de abril de 1.973, bajo el nº 20205/73, acogiéndose por tanto a los beneficios que --
10 conceden los convenios Internacionales en vigor, siendo lo --
que constituye la esencia del referido invento y por lo que --
se solicita Patente de Invención por adición en España sobre: Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 406.822, presentada el 19 de septiembre de 1.972, por: PROCE-
15 DIMIENTO PARA PONER A PUNTO DISOLUCIONES DE FOSFATADO DE SU-
PERFICIES METALICAS PARCIALMENTE AGOTADAS; caracterizándose --
por lo siguiente :

1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 406.822, presentada el 19 de --
20 septiembre de 1.972, por: Procedimiento para poner a punto di-
soluciones de fosfatado de superficies metálicas parcialmente agotadas, caracterizadas porque las proporciones del zinc, --
del clorato y del nitrato respecto al fosfato, son las si- --
25 guientes : $P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,2$ a $0,7$; $ClO_3 = 0,2$ a $0,7$ y
 $NO_3 = 0,1$ a $0,4$; estando comprendida la relación de los --
puntos de ácido total con respecto a los puntos de ácido li-
bre entre 5 y 25, y estando comprendida la concentración en --
fosfato (calculada en P_2O_5) entre 3 y 25 g/litro, y porque la
30 solución de tratamiento es regenerada durante la operación --
agregando una mezcla de regeneración que contiene al menos una

parte del clorato y del agente de neutralización y una solución acuosa ácida de regeneración que contiene los otros ingredientes necesarios para esta última, conteniendo la solución ácida zinc, fosfato y nitrato en las proporciones siguientes : $P_2O_5 = 1$; $Zn = 0,2$ a $0,7$ y NO_3 es de mas de $0,08$ a $0,3$, siendo la regeneración total en clorato de $0,01$ a $0,25$ ($P_2O_5 = 1$).

2ª.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque la solución de tratamiento contiene igualmente fluoruro en la proporción : $P_2O_5 = 1$ y $F = 0,1$ a $0,4$ y la solución de regeneración contiene fluoruro en la proporción : $P_2O_5 = 1$ y $F = 0,02$ a $0,20$.

3ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque la solución de tratamiento contiene fosfato cálcico.

4ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 406.822, presentada el 19 de septiembre de 1.972, por: Procedimiento para poner a punto de soluciones de fosfatado de superficies metálicas parcialmente agotadas; tal y como queda sustancialmente indicado en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 ABR. 1974
SOCIETE CONTINENTALE PARKER.

L. GONZÁLEZ ACEDOS Y CA. S.A.
p. Firmado: L. Goeta Fernández

