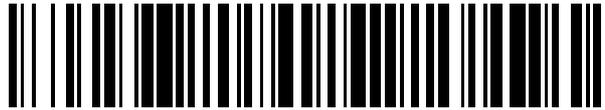


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 248**

51 Int. Cl.:

**C23C 22/78** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.08.2006 E 06782806 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 1930473**

54 Título: **Composición para acondicionamiento de superficies, método para la producción de la misma, y método de acondicionamiento de superficies**

30 Prioridad:

**19.08.2005 JP 2005239231**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**02.09.2016**

73 Titular/es:

**NIPPON PAINT CO., LTD. (100.0%)  
2-1-2, Oyodokita, Kita-ku  
Osaka-shi, Osaka 531-8511, JP**

72 Inventor/es:

**INBE, TOSHIO;  
MATSUKAWA, MASAHIKO y  
KIKUCHI, KOTARO**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 581 248 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composición para acondicionamiento de superficies, método para la producción de la misma, y método de acondicionamiento de superficies

**Campo técnico**

- 5 La presente invención se refiere a una composición para acondicionamiento de superficies, un método para producir la misma, y un método para acondicionamiento de superficies.

**Antecedentes de la técnica**

10 Carrocerías de automóviles, aparatos eléctricos domésticos y similares han sido fabricados con materiales metálicos, tales como placas de acero, placas de acero galvanizado, y aleaciones de aluminio. En general, después de someter a una etapa de tratamiento de conversión tal como un pretratamiento, se lleva a cabo un tratamiento tal como un revestimiento. Como tal tratamiento de conversión, se lleva a cabo en general uno de fosfatación. En el tratamiento de conversión, se lleva a cabo un tratamiento de acondicionamiento de superficies generalmente como un proceso anterior para permitir que cristales de fosfato densos y diminutos se depositen en la superficie del material metálico. Los ejemplos de composiciones conocidas para acondicionamiento de superficies para uso en tal tratamiento de acondicionamiento de superficies incluyen líquidos de tratamiento que contienen partículas de fosfato de titanio a lo que se refiere como una sal de Jernstedt, o partículas de fosfato de metal divalente o trivalente.

15 El documento de patente 1 describe un líquido de pretratamiento para acondicionamiento de superficies usado antes del tratamiento de conversión de fosfato metálico que incluye partículas de fosfato de una o más clases de metales divalentes o trivalentes que tienen un diámetro de partícula de 5  $\mu\text{m}$  o menos, y una sal de metal alcalino o una sal de amonio, o una mezcla de las mismas, y que tiene un pH ajustado para que sea de 4 a 13.

20 También, el documento de patente 2 da a conocer un líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies usado antes del tratamiento de conversión de fosfato metálico que incluye uno o más tipos de partículas de fosfato seleccionado de sales de ácido fosfórico que contienen una o más clases de metal divalente y/o trivalente, y uno cualquiera de varios aceleradores.

25 Por otra parte, el documento de patente 3 describe un agente de acondicionamiento de superficies que contiene fosfato de zinc que se caracteriza porque incluye desde 500 hasta 20.000 ppm de fosfato de zinc, y el fosfato de zinc tiene un diámetro medio de partícula de 3  $\mu\text{m}$  o menos, siendo el  $D_{90}$  de 4  $\mu\text{m}$  o menos con un pH de 3 a 11.

30 Sin embargo, de acuerdo con el desarrollo de nuevos materiales y la simplificación de las etapas de tratamiento en los últimos años, puede haber casos en que tales líquidos de tratamiento para acondicionamiento de superficies no puedan actuar satisfactoriamente, por ejemplo, en el caso del tratamiento de conversión de materiales metálicos resistentes a la conversión tales como placas de acero de alta resistencia, o procesamiento simultáneo de múltiples tipos de diferentes materiales metálicos. Además, el nivel requerido de resistencia a la corrosión se ha aumentado, y se desea la formación de una película de revestimiento de conversión más densa. Por lo tanto, se ha deseado una mejora de las prestaciones del líquido de tratamiento para el acondicionamiento de superficies, y la mejora de las propiedades físicas de la película de revestimiento del tratamiento de conversión obtenida por el tratamiento de conversión con este líquido. Las partículas de fosfato incluidas en el líquido de tratamiento previo antes mencionado para acondicionamiento de superficies se obtienen mediante la pulverización de fosfato. En el documento de patente antes mencionado 3, el fosfato de zinc se mezcla en un medio de dispersión tal como agua o un disolvente orgánico, y la pulverización en húmedo se lleva a cabo en presencia de un dispersante. Sin embargo, con el fin de obtener las partículas de fosfato requeridas que tienen un diámetro de partícula promedio diminuto, puede haber casos en los que se requiere un largo período de tiempo es decir, aproximadamente 6 horas, para la dispersión. Por consiguiente, se desea el acortamiento del tiempo de dispersión.

45 En el documento de patente 3 anteriormente mencionado, se describe que la poliamina se puede usar como el dispersante, y que un agente neutralizante basado en amina se puede utilizar para el propósito de neutralización de un tensioactivo aniónico y una resina aniónica como un dispersante polimérico. Sin embargo, también en los casos en que éstos se utilizan, se requiere un largo período de tiempo de dispersión para obtener partículas de fosfato de zinc que tengan un diámetro medio de partícula deseado.

Documento de patente 1: solicitud de patente japonesa no examinada N° de publicación H10-245685

Documento de patente 2: solicitud de patente japonesa no examinada N° de publicación 2000-96256

50 Documento de patente 3: solicitud de patente japonesa no examinada N° de publicación 2004-068149

**Descripción de la invención**

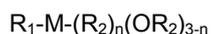
Problemas a resolver por la invención

5 En vista de las circunstancias descritas anteriormente, un objeto de la presente invención es proporcionar una composición para acondicionamiento de superficies que puede formar una película de revestimiento de conversión que es más densa en comparación con las convencionales, y puede formar una película de revestimiento de conversión que tiene una cantidad suficiente de película de revestimiento en una parte de contacto de diferentes tipos de metales, o en un material metálico resistente a la conversión, tal como una placa de acero de alta resistencia.

10 También, otro objeto de la presente invención es proporcionar un método para la producción de una composición para acondicionamiento de superficies capaz de proporcionar partículas de fosfato que tengan un diámetro de partícula predeterminado en un período de tiempo que es más corto en comparación con los métodos convencionales.

Medios para resolver los problemas

15 La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluye partículas de fosfato de metal divalente o trivalente, y tiene un pH de 3 a 12, se caracteriza porque el  $D_{50}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente es de 3  $\mu\text{m}$  o menos, y contiene un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos, dicha composición contiene al menos un alcóxido de metal representado por la fórmula:



Donde M representa silicio, titanio o aluminio;

20  $R_1$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y que está no sustituido o sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alquenilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

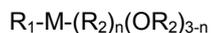
25  $R_2$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2

La partícula de fosfato de metal divalente o trivalente que debe incluirse en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es, preferiblemente, fosfato de zinc, mientras que el compuesto de amina es preferiblemente un compuesto de hidroxiamina que tiene por lo menos un grupo hidroxilo en la molécula.

30 Se prefiere que la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención contenga, además, un mineral de arcilla en capas. Se prefiere que la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluya además un agente quelante. Se prefiere que la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluya además un compuesto fenólico.

35 El método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención se caracteriza por incluir una etapa en la que se somete una materia prima de fosfato de un metal divalente o trivalente a pulverización húmeda en un medio de dispersión en presencia de un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos y que está en forma de una amina libre,y

al menos un alcóxido de metal representado por la fórmula general siguiente:



en donde M representa silicio,titanio o aluminio;

40  $R_1$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y que está no sustituido o sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alquenilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

45  $R_2$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2.

El método para acondicionamiento de superficies de la presente invención se caracteriza porque incluye una etapa de conducir la composición para acondicionamiento de superficies para que se ponga en contacto con una superficie de material de metal.

50 El término "composición para acondicionamiento de superficies" referido en este documento significa que incluye tanto un "líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies" que es un líquido de tratamiento que se pone

en contacto con el material de metal actualmente en el tratamiento de acondicionamiento de superficies, como un "líquido de dispersión concentrado" que es un líquido de dispersión de partículas de fosfato de metal usado para producir el líquido de tratamiento de acondicionamiento de superficies por medio de la dilución. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtiene diluyendo el líquido de dispersión concentrado en un disolvente tal como agua para dar una concentración predeterminada, añadiendo los aditivos necesarios al mismo, y a partir de entonces ajustando el pH del líquido.

Además, según la presente invención, el tratamiento de acondicionamiento de superficies se lleva a cabo después de someter el material de metal a un tratamiento previo necesario, y luego se lleva a cabo un tratamiento de conversión. En otras palabras, el término "tratamiento de acondicionamiento de superficies" se refiere en el presente documento al primer fosfatado, que es una etapa que permite que las partículas de fosfato de metal se adhieran sobre una superficie de material de metal.

Además, el término "tratamiento de conversión" significa un segundo tratamiento de fosfato posterior al tratamiento de acondicionamiento de superficies, que es un tratamiento que permite que las partículas de fosfato adheridas sobre la superficie del material de metal mediante el tratamiento de acondicionamiento de superficies crezcan en forma de cristales. Por otra parte, la película de revestimiento del fosfato de metal formada por el tratamiento de acondicionamiento de superficies se denomina aquí como una "película de revestimiento de fosfato", mientras que la película de revestimiento de partículas de fosfato de metal formadas por el tratamiento de conversión se refiere como una "película de revestimiento de conversión".

A continuación, la presente invención se explicará en detalle.

#### Composición para acondicionamiento de superficies

La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluye partículas de fosfato de metal divalente o trivalente, y un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos.

#### Partículas de fosfato de metal

Las partículas de fosfato de metal antes mencionadas existen para que sean el núcleo de cristal para la adquisición de la función de acondicionamiento de superficies. Se cree que la reacción para el tratamiento de conversión se acelera por la adherencia de estas partículas a la superficie del material de metal en el tratamiento de acondicionamiento de superficies.

Las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente no están particularmente limitadas, y ejemplos de las mismas incluyen, por ejemplo, partículas de  $Zn_3(PO_4)_2$ ,  $Zn_2Fe(PO_4)_2$ ,  $Zn_2Ni(PO_4)_2$ ,  $Ni_3(PO_4)_2$ ,  $Zn_2Mn(PO_4)_2$ ,  $Mn_3(PO_4)_2$ ,  $Mn_2Fe(PO_4)_2$ ,  $Ca_3(PO_4)_2$ ,  $Zn_2Ca(PO_4)_2$ ,  $FePO_4$ ,  $AlPO_4$ ,  $CoPO_4$ ,  $Co_3(PO_4)_2$  y similares. Entre ellas, se prefieren las partículas de fosfato de zinc en vista de la similitud de los cristales de la película de revestimiento en el tratamiento de ácido fosfórico, en particular tratamiento de fosfato de zinc, del tratamiento de conversión.

El  $D_{50}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente anteriormente mencionadas es de 3  $\mu m$  o menos. Mediante el establecimiento del  $D_{50}$  para que esté dentro del intervalo anterior, se puede formar una película de revestimiento de fosfato diminuta en una cantidad suficiente de la película de revestimiento en un corto período de tiempo del tratamiento de acondicionamiento de superficies, que puede dar lugar a la posibilidad de formación de una película de recubrimiento de conversión densa. Cuando el  $D_{50}$  es mayor que 3  $\mu m$ , la estabilidad de la dispersión de las partículas de fosfato de metal en el líquido de tratamiento para el acondicionamiento de superficies puede deteriorarse, y así las partículas de fosfato de metal pueden probablemente sedimentarse. El  $D_{50}$  puede ser de 1  $\mu m$  o menos, y aún más puede ser de 0,2  $\mu m$  o menos, el límite inferior es preferiblemente 0,01  $\mu m$ . Un límite inferior del  $D_{50}$  de menos de 0,01  $\mu m$  no es económico debido a una eficiencia de producción inferior. Más preferiblemente, el límite inferior del  $D_{50}$  es 0,1  $\mu m$ , mientras que el límite superior es 1  $\mu m$ .

Además, el  $D_{90}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente es preferiblemente de 4  $\mu m$  o menos. Al establecer de este modo no sólo el  $D_{50}$ , sino también el  $D_{90}$ , se disminuye la proporción de la presencia de partículas de fosfato que tienen un diámetro de partícula grande. En consecuencia, se puede obtener un líquido de dispersión que muestra una distribución estrecha de los diámetros en la dispersión, y que está en un estado de dispersión extremadamente estable. Cuando el  $D_{90}$  es mayor de 4  $\mu m$ , la proporción de partículas de fosfato de metal diminutas, en consecuencia, disminuye, y por lo tanto puede ser difícil obtener una película de revestimiento de conversión de alta calidad. El  $D_{90}$  puede ser 2,6  $\mu m$  o menos, y aún más 0,3  $\mu m$  o menos. El límite inferior es preferiblemente 0,01  $\mu m$ . Cuando el límite inferior del  $D_{90}$  es menor de 0,01  $\mu m$ , las partículas tienden a agregarse, debido al fenómeno de la dispersión excesiva. Más preferiblemente, el límite inferior del  $D_{90}$  es 0,05  $\mu m$ , mientras que el límite superior es 2  $\mu m$ .

En la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se cree que las partículas de fosfato de metal en el líquido pueden producir de manera eficiente núcleos de cristales debido a la baja proporción de partículas grandes. Además, se espera que en la etapa de tratamiento de acondicionamiento de superficies, se formen núcleos cristalinos más homogéneos debido a que la distribución de los diámetros en la dispersión es estrecha, lo que puede resultar en la formación de una película de revestimiento de cristal de fosfato de metal

uniforme en el siguiente tratamiento de conversión. La placa de acero tratada de conversión obtenida de tal manera tiene una calidad de superficie excelente y uniforme y, esto sugiere además la expectativa de una mejora de las propiedades del tratamiento en las partes en forma de bolsa de material de metal que tenga una estructura compleja y en la conversión de placas de acero resistentes, tales como las placas de escala de acero negro.

- 5 Cuando un medio tal como la pulverización se emplea para proporcionar una dispersión con un diámetro de 3  $\mu\text{m}$  o menos, la pulverización excesiva puede causar re agregación debido a la falta relativa de dispersante a medida que el área de superficie específica se incrementa. Por lo tanto, la estabilidad de la dispersión se puede deteriorar a través de la formación de partículas grandes. Por otra parte, dependiendo de los ingredientes constituyentes y de las condiciones de preparación de la composición para acondicionamiento de superficies, puede generarse una fluctuación en la capacidad de dispersión del fosfato antes mencionado, lo que conduce a la probabilidad de causar problemas de re agregación de las partículas diminutas, un aumento de la viscosidad y similares. Sin embargo, cuando el  $D_{90}$  del fosfato es 4  $\mu\text{m}$  o menos, la aparición de las desventajas anteriores puede ser suprimida.

15 El  $D_{50}$  y el  $D_{90}$  significan el diámetro de las partículas correspondientes al 50% en términos de volumen y el diámetro de las partículas que corresponde al 90% en términos de volumen, respectivamente. Ellos son los diámetros de la partícula en los puntos de 50% y 90%, respectivamente, en una curva acumulativa como se determina suponiendo que el volumen total de las partículas es de 100% sobre la base de la distribución de diámetros de las partículas en el líquido de dispersión. Estos valores pueden ser determinados por la medición de la distribución del diámetro de partícula usando un analizador del tamaño de partícula de tipo de difracción óptica (por ejemplo, nombre del artículo "LA-500", fabricado por Horiba, Ltd.). En este documento, la referencia a "diámetro de partícula medio" representa el  $D_{50}$ .

20 Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es un líquido de dispersión concentrado, el contenido de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente representa preferiblemente del 5 al 80% en peso del líquido de dispersión concentrado. Cuando el contenido es inferior al 5% en peso, la eficiencia de producción se puede deteriorar, mientras que cuando el contenido es mayor del 80% en peso, no puede alcanzarse de manera suficiente la estabilidad de la dispersión del líquido de dispersión concentrado resultante. Un límite inferior más preferible es del 10% en peso, y un límite inferior aún más preferible es un 20% en peso. Adicionalmente, un límite superior más preferible es de 65% en peso, y un límite superior todavía más preferible es de 50% en peso.

25 Por el contrario, cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es un líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, el contenido de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente es preferiblemente de 50 a 20.000 ppm. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se produce mediante la dilución del líquido de dispersión concentrado a una relación de dilución de 5 a 10.000 veces. Cuando el contenido es inferior a 50 ppm, el fosfato que va a ser el núcleo del cristal puede ser deficiente, y por lo tanto es probable que el efecto de acondicionamiento de superficies no pueda ser alcanzado de manera suficiente. También, un contenido mayor que 20.000 ppm no es económico debido a que no se puede lograr un efecto que exceda el efecto deseado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 150 ppm y un límite superior de 10000 ppm son más preferidos, y un límite inferior de 250 ppm y un límite superior de 2500 ppm son todavía más preferidos

#### Compuesto de amina

30 El compuesto de amina para ser incluido en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención tiene un peso molecular de 1000 o menos. El uso de dicho compuesto de amina permite que se forme adecuadamente una película de revestimiento de conversión en el tratamiento de conversión llevado a cabo posteriormente, en el caso de uso para materiales de metales resistentes a la conversión tales como placas de acero de alta resistencia, o también en el caso de utilización simultánea de múltiples tipos de diferentes materiales de metal tales como materiales de metal a base de aluminio, material de metal a base de hierro y similares.

45 Cuando el compuesto de amina tiene un peso molecular mayor que 1.000, el objeto de la presente invención puede no ser logrado. El peso molecular es preferiblemente de 500 o menos, y más preferiblemente 200 o menos.

El compuesto de amina no está particularmente limitado siempre que su peso molecular sea de 1.000 o menos, pero el límite inferior del peso molecular del compuesto de amina es preferiblemente 59 porque un peso molecular demasiado pequeño puede originar dificultades en la manipulación, y puede tener una alta toxicidad.

50 El compuesto de amina es preferiblemente una amina alifática, y los ejemplos del compuesto que se pueden usar incluyen compuestos de amina alifática de primaria a terciaria. Tales compuestos de amina alifática incluyen aminas alicíclicas, y compuestos de hidroxilamina que tienen al menos un grupo hidroxilo en la molécula.

Además, los ejemplos del compuesto de amina distintos de las aminas alifáticas incluyen compuestos de hidroxilamina que no sean alifáticos, aminas heterocíclicas, aminoácidos básicos tales como la lisina, compuestos de amina aromática tales como la anilina, compuestos de ácido sulfónico de amina y similares.

55 Además, el compuesto de amina puede ser cualquiera de una monoamina, una poliamina que tiene dos o más grupos amino en una molécula, tales como diamina, triamina, tetramina, y similares. Además, estos compuestos de

amina se pueden usar solos, o dos o más de los mismos se pueden usar en combinación. Entre ellos, el compuesto de amina es preferiblemente un compuesto de hidroxilamina a la luz de la capacidad de absorción de las partículas de fosfato de metal, y la afinidad al agua, y similares.

5 Los ejemplos del compuesto de hidroxilamina incluyen, por ejemplo, compuestos de hidroxilamina alifáticos tales como monoetanolamina, dietanolamina, dimetiletanolamina, metildietanolamina, trietanolamina, triisopropanolamina, y aminoetiletanolamina; compuestos de hidroxilamina que no sean alifáticos tales como resol modificado de amina y novolak modificado de amina, y similares. Entre estos, los compuestos de hidroxilamina alifáticos son más preferidos, y dimetiletanolamina y trietanolamina son particularmente preferidos a la luz de la facilidad en la consecución del efecto ventajoso de la presente invención.

10 Con respecto al contenido del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se prefiere un límite inferior de 0,01 partes en peso y un límite superior de 1000 partes en peso por 100 partes en peso de las partículas de fosfato de metal. Cuando el contenido es inferior a 0,01 partes en peso, puede no conseguirse el efecto ventajoso de la presente invención. También, un contenido mayor de 1000 partes en peso no es económico debido a que no puede conseguirse un efecto mejor que el efecto deseado. Un límite inferior más preferible es de 0,1 partes en peso, y un límite inferior aún más preferible es de 0,5 partes en peso. Además, un límite superior más preferible es de 100 partes en peso, y un límite superior todavía más preferible es de 50 partes en peso.

15 Además, cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, el contenido del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos es preferiblemente de 1 a 10000 ppm. Cuando el contenido es inferior a 1 ppm, las partículas de fosfato no pueden ser suficientemente cubiertas, lo que lleva a la absorción insuficiente de las partículas de fosfato, lo que puede causar agregación secundaria. En el caso del contenido que es mayor de 10000 ppm, no es económico debido a que no puede conseguirse un efecto superior al efecto deseado. Se prefiere más un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 5000 ppm, y un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 2.500 ppm son todavía más preferidos.

20 En la composición de acondicionamiento de superficies de la presente invención, el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos se permite preferiblemente que esté presente en la forma de una amina libre. Más específicamente, se prefiere permitir que el compuesto de amina esté en un estado capaz de minimizar la interacción con un grupo ácido tal como un grupo carboxilo en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención. Con este fin, se pueden tomar medidas tales como: prevenir que otros ingredientes incluidos en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención tengan un grupo ácido; o en el caso en el que otro ingrediente tenga un grupo ácido, la neutralización del grupo ácido con una base que tenga una basicidad mayor que el compuesto de amina anteriormente mencionado, o aumentar la cantidad del compuesto de amina para que sea mayor que el equivalente del grupo ácido. De esta manera, es probable que ocurra la interacción del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos con las partículas de fosfato de metal, y por lo tanto se espera que se logre el efecto ventajoso de la presente invención.

#### Medio de dispersión

30 La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención contiene un medio de dispersión para permitir que las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente mencionadas anteriormente sean dispersadas. Ejemplos del medio de dispersión que se puede usar incluyen medios acuosos que incluyen 80% en peso o más de agua, así como otros medios distintos del agua, así como varios disolventes orgánicos solubles en agua. Sin embargo, se desea que el contenido del disolvente orgánico sea lo más bajo posible, que puede ser preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente 5% en peso o menos del medio acuoso. Un medio de dispersión incluyendo sólo agua también es aceptable.

45 El disolvente orgánico soluble en agua no está particularmente limitado, y ejemplos del mismo incluyen, por ejemplo, disolventes alcohólicos tales como metanol, etanol, isopropanol y etilenglicol; disolventes a base de éter tales como etilenglicol monopropil éter, butilglicol y 1-metoxi-2-propanol; disolventes a base de cetonas, tales como acetona y alcohol de diacetona; disolventes a base de amidas tales como dimetilacetamida y metilpirrolidona; disolventes basados en ésteres tales como acetato de etilcarbital, y similares. Estos se pueden usar solos, o dos o más de los mismos pueden ser utilizados en combinación.

#### pH

55 La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención tiene un pH de 3 a 12. Cuando el pH es inferior a 3, las partículas de fosfato de metal mencionadas anteriormente probablemente se disuelvan, lo que puede conducir a la inestabilidad del líquido. Cuando el pH es mayor que 12, puede ocurrir la elevación del pH del baño para el tratamiento de conversión llevada a cabo posteriormente, lo que puede conducir a la conversión defectuosa. El límite inferior del pH es preferiblemente 6, y el límite superior es preferiblemente 11.

Otros componentes

5 La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención puede contener, además de las partículas de fosfato de metal y el compuesto de amina, diversos ingredientes para uso en composiciones para el acondicionamiento de superficies, siempre y cuando la función exhibida por el compuesto de amina no se inhiba drásticamente.

Ejemplos de los diversos aditivos incluyen minerales de arcilla en capas, alcóxidos de metales, agentes quelantes, compuestos fenólicos y similares. Múltiples ingredientes entre éstos se pueden utilizar simultáneamente.

Mineral de arcilla en capas

10 Al incluir el mineral de arcilla en capas en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, la sedimentación de las partículas de fosfato de metal puede suprimirse, y se espera por lo tanto que la estabilidad de la dispersión se mantenga. Cuando se añade el mineral de arcilla en capas, se forma una estructura terciaria que incluye agua mediante el mineral de arcilla en capas, que se denomina generalmente como una estructura en castillo de naipes, y se cree que esta estructura proporciona un efecto de aumento de la viscosidad.

15 El mineral de arcilla en capas no está particularmente limitado, y ejemplos del mismo incluyen, por ejemplo, las esmectitas tales como la montmorillonita, beidellita, saponita, y hectorita; caolinitas tales como caolinita y halloysita; vermiculitas tales como vermiculita dioctaédrica, y vermiculita trioctaédrica; micas como teniolita, mica tetrasilícica, moscovita, illita, sericita, flogopita, y biotita; hidrotalcita; pirofilolita; sales de ácido polisilícico de capas, tales como kanemita, makatita, ilerita, magadiita y keniaita, y similares. Estos minerales de arcilla en capas pueden ser minerales ya sea de origen natural, o minerales sintéticos producidos por síntesis hidrotérmica, un procedimiento de fusión, un procedimiento en fase sólida o similares.

20 El mineral de arcilla en capas tiene preferiblemente una capacidad de intercambio de cationes (CEC) de 60 meq/100 g o mayor. La capacidad de intercambio catiónico representa la cantidad total de carga negativa del mineral de arcilla en capas que contribuye a intercambio de cationes, y se mide en la presente memoria por un método de acetato de amonio o similares.

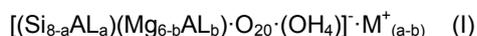
25 Se prefiere que el diámetro medio de partícula del mineral de arcilla en capas en el estado dispersado en agua de intercambio iónico sea de 0,3 µm o menos. Cuando el diámetro medio de partícula es mayor de 0,3 µm, la estabilidad de la dispersión de la composición para acondicionamiento de superficies se puede deteriorar. Además, el promedio de proporción de aspecto (valor promedio de tamaño máximo/tamaño mínimo) del mineral de arcilla en capas es preferiblemente de 10 o mayor, y más preferiblemente 20 o mayor. Cuando el promedio de proporción de aspecto es menor de 10, la estabilidad de la dispersión se puede deteriorar. El diámetro medio de partícula mencionado es un valor obtenido por la observación de una solución de dispersión acuosa, que ha sido sometida a liofilización, con un microscopio electrónico de transmisión (TEM), un microscopio electrónico de barrido (SEM) o similares.

35 Ejemplos específicos del mineral de arcilla en capas que tiene capacidad de intercambio catiónico de 60 meq/100 g o mayor incluyen las esmectitas tales como la saponita, hectorita, estevensita, y sauconita; y minerales de arcilla en capas, tales como la vermiculita. Sin embargo, entre ellos, los ejemplos de los que probablemente presentan el diámetro medio de partícula en el estado de dispersión acuosa antes mencionada de 0,3 µm o menos incluyen la saponita y hectorita (hectorita natural y/o hectorita sintética).

40 En particular, se prefiere la saponita ya que tiene un diámetro medio de partícula pequeño en el estado de dispersión acuosa, y que tiene una alta capacidad de intercambio de cationes. Además, pueden utilizarse dos o más de estos al mismo tiempo. Mediante la inclusión de tal mineral de arcilla en capas se puede impartir la más excelente estabilidad de la dispersión, y también se puede mejorar la eficiencia de la dispersión.

45 Estos minerales de arcilla en capas pueden ser o bien un mineral natural, o un mineral sintético producido por síntesis hidrotérmica, un procedimiento de fusión, un procedimiento en fase sólida o similar. Además, pueden utilizarse según sea necesario compuestos de intercalación del mineral de arcilla en capas antes mencionado (cristales en columnas y similares), así como los sometidos a un tratamiento de intercambio de iones, o de modificación de la superficie tal como un tratamiento de acoplamiento de silano, un tratamiento de formación de material compuesto con un aglutinante orgánico, o similares. Estos minerales de arcilla en capas se pueden usar solos, o dos o más de los mismos se pueden usar en combinación.

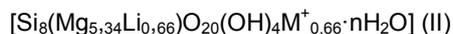
50 La saponita mencionada anteriormente es un mineral de arcilla en capas de tipo trioctaédrico, que está representada por la siguiente fórmula (I) y pertenece al grupo de la esmectita.



en la que M es un ion intercambiable: Ca, Na, o K; y las expresiones de relación de 0<a<8, 0<b<6, y a-b>0 son satisfechas.

La saponita puede ser modificada, y los ejemplos de la saponita modificada incluyen, por ejemplo, saponita modificada con zinc, saponita modificada con amina, y similares. Ejemplos de productos de saponita disponibles comercialmente incluyen, por ejemplo, saponita sintética ("Sumecton SA", nombre del artículo, fabricado por KUNIMINE INDUSTRIES CO., LTD.) y similares.

- 5 La hectorita natural mencionada anteriormente es un mineral de arcilla en capas de tipo trioctaédrico que está representada por la siguiente fórmula (II).



Ejemplos de productos disponibles en el mercado de hectorita natural incluyen, por ejemplo, "BENTON EW" y "BENTON AD" (ambos nombres son los de los artículos, fabricado por ELEMENTIS plc) y similares.

- 10 La hectorita sintética mencionada anteriormente se asemeja a una hecitra trioctaédrica de tipo capa de expansión ilimitada que tiene una red que se expande en la estructura de tres capas del cristal, y está representado por la siguiente fórmula (III).



en la que  $0 < a = 6$ ,  $0 < b = 6$ ,  $4 < a+b < 8$ ,  $0 = c < 4$ ,  $x = 12-2a-b$ ; y M es Na en la mayoría de los casos.

- 15 La hectorita sintética está constituida de magnesio, silicio y sodio como ingredientes principales, y una ligera cantidad de litio y flúor.

Ejemplos de productos disponibles comercialmente de la hectorita sintética incluyen, por ejemplo, nombres de los artículos "Laponita B", "Laponita S", "Laponita RD", "Laponita RDS", "Laponita XLG", "Laponita XLS" y similares fabricados por ROOKWOOD Aditives Ltd. Estos están en el estado de polvos blancos, y forman fácilmente soles ("Laponita S", "Laponita RDS", "Laponita XLS") o geles ("Laponita B", "Laponita RD", "Laponita XLG") tras la adición de agua. Además, "Lucentita SWN" de CO-OP Chemical Co., Ltd. puede también mencionarse como un ejemplo. Estas hectoritas naturales y hectoritas sintéticas se pueden usar solas, o dos o más de las mismas se pueden usar en combinación.

- 25 Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de dispersión concentrado, el contenido del mineral de arcilla en capas es preferiblemente de 0,01 a 1000 partes en peso por 100 partes en peso del contenido sólido de la partícula de fosfato de metal. Cuando el contenido es inferior a 0,01 partes en peso, no se puede conseguir suficientemente el efecto de suprimir la sedimentación. También, un contenido mayor de 1000 partes en peso no es económico debido a que no puede conseguirse un efecto superior al efecto deseado. Con respecto al contenido, un límite inferior a 0,1 partes en peso y un límite superior a 100 partes en peso son más preferidos, y un límite inferior de 0,5 partes en peso y un límite superior de 50 partes en peso son todavía más preferidos.

- 30 Por el contrario, cuando la composición para el acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, se prefiere que el contenido sea de 1 a 10000 ppm. Un contenido fuera de este rango puede resultar en un inconveniente que es similar al caso de la dispersión líquida concentrada. Con respecto al contenido, un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 1000 ppm son más preferidos, y un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 250 ppm son todavía más preferidos.

Alcóxido de metal

La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención contiene al menos un alcóxido de metal representado por la siguiente fórmula general (IV):



- en la que M representa silicio, titanio o aluminio;  $\text{R}^1$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y que no está sustituido o está sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alqueno que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;  $\text{R}^2$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2.

El alcóxido de metal como se describió anteriormente es preferiblemente un compuesto de alcoxisilano que tiene al menos un grupo mercapto o un grupo (meta)acriloxi.

- 50 El compuesto de alcoxisilano no está particularmente limitado siempre que pueda ser utilizado en un sistema a base de agua, y ejemplos de los mismos incluyen, por ejemplo, vinilmetildimetoxisilano, viniltrimetoxisilano, viniletildietoxisilano, viniltrietoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano, 3-3-(meta)acriloxipropiltrimetoxisilano, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, N-(1,3-dimetilbutilideno)-3-(triethoxisilil)-1-propanoamina, N,N'-bis[3-(trimetoxisilil)propil]etilendiamina, N-(β-aminoetil)-γ-aminopropilmetildimetoxisilano, N-(β-

aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, 3-glicidoxipropiltriethoxisilano, 3-glicidoxipropilmetildimetoxisilano, 2-(3,4-epoxiciclohexil) etiltrimetoxisilano, 3-metacriloxipropiltriethoxisilano, 3-mercaptopropiltriethoxisilano, N-[2-(vinilbencilamino)etil]-3-aminopropiltrimetoxisilano, y similares. Estos se pueden usar solos, o dos o más de los mismos se pueden usar en combinación. Entre ellos, se prefiere aquellos que tienen al menos un grupo mercapto o un grupo (meta)acriloxi en una molécula del alcóxido de metal, y por ejemplo, 3-mercaptopropilmetildimetoxisilano, 3-mercaptopropilmetildietoxisilano, 3-(meta)acriloxipropilmetiltrimetoxisilano, o 3-(meta)acriloxipropilmetiltriethoxisilano son particularmente preferidos.

Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de dispersión concentrado, el contenido del alcóxido de metal es preferiblemente de 0,01 a 1000 partes en peso por 100 partes en peso del contenido sólido de la partícula de fosfato de metal. Cuando el contenido es inferior a 0,01 partes en peso, debido al efecto de pulverización en la dispersión se cree que habrá insuficiente acondicionamiento de la superficie ya que la cantidad de absorción de las partículas de fosfato de metal llega a ser insuficiente. Un contenido de 1000 partes en peso o mayor no es económica debido a que no puede conseguirse un efecto superior al efecto deseado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 0,1 partes en peso y un límite superior de 100 partes en peso son más preferidos, y un límite inferior de 0,5 partes en peso y un límite superior de 20 partes en peso son todavía más preferidos.

Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, se prefiere que el contenido del alcóxido de metal sea preferiblemente de 1 a 1000 ppm. Un contenido fuera de este rango puede resultar en un inconveniente que es similar al caso del líquido de dispersión concentrado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 500 ppm son más preferidos, y un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 250 ppm son todavía más preferidos.

#### Agente quelante

La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención puede contener un agente quelante. Al incluir el agente quelante, se puede impartir una estabilidad más excelente a la dispersión, y además, las propiedades de estabilidad de la dispersión también se pueden mejorar. Más específicamente, incluso en el caso en el que el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies de la presente invención esté contaminado con un ion de magnesio o un ion de calcio incluido en el agua para la dilución, no se produce agregación de las partículas de fosfato de metal, y por tanto la estabilidad de la dispersión en el líquido de tratamiento para el acondicionamiento de superficies se puede mejorar.

El agente quelante no está particularmente limitado, pero ejemplos del mismo incluyen por ejemplo, EDTAs, ácidos poliacrílicos, ácidos orgánicos tales como el ácido cítrico, ácidos fosfóricos condensados, ácidos fosfónicos, resinas quelantes tales como CMC, materiales de relleno con un efecto quelante tal como la zeolita, silicato y fosfato de aluminio condensado, y similares.

El agente quelante puede no estar incluido cuando la composición para el acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de dispersión concentrado ya que su efecto debería tenerse en cuenta en la dilución. Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, se prefiere que el contenido del agente quelante sea de 1 a 10.000 ppm. Cuando el contenido es inferior a 1 ppm, los componentes duros en el agua corriente no pueden ser suficientemente quelados, y por lo tanto polimerizaciones de metales, tales como iones de calcio, que son los componentes duros pueden causar la agregación de las partículas de fosfato de metal. Incluso si el contenido es mayor de 10.000 ppm, un efecto superior al efecto deseado no se puede conseguir, y es probable que una reacción con el ingrediente activo del agente de tratamiento de conversión se pueda producir inhibiendo así la reacción de tratamiento de conversión. Con respecto al contenido, un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 1000 ppm son más preferidos, y un límite inferior de 20 ppm y un límite superior de 500 ppm son todavía más preferidos.

#### Compuesto fenólico

La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención puede incluir un compuesto fenólico. Utilizando el compuesto fenólico en combinación con la composición para acondicionamiento de superficies, la propiedad de adhesión de las partículas de fosfato de metal al material de metal se mejora. En particular, además de la mejora de la reactividad en el tratamiento de conversión del material de metal resistente a la conversión tal como un material de metal a base de aluminio o una placa de acero de alta resistencia, se puede obtener un efecto de mejora de la estabilidad de la composición para acondicionamiento de superficies. En otras palabras, se espera que la adición del compuesto fenólico mejore la estabilidad de almacenamiento en el caso de la conservación durante un largo período de tiempo en un estado líquido de dispersión concentrada, y la estabilidad del baño para el tratamiento de acondicionamiento de superficies, incluyendo el líquido de tratamiento para el acondicionamiento de superficies. Además, incluso en el caso en el que el líquido esté contaminado con un componente duro, tal como un ion de calcio, un ion de magnesio o similares derivados de agua para la dilución, se espera que se prevenga la agregación de las partículas de fosfato de metal por medio de una acción que es similar a la del agente quelante como se describió anteriormente.

Los ejemplos del compuesto fenólico incluyen, por ejemplo, compuestos que tienen dos o más grupos hidroxilo fenólicos tales como catecol, ácido gálico, pirogalol y ácido tánico, o compuestos fenólicos que tienen un esqueleto básico de los compuestos mencionados anteriormente (por ejemplo, compuestos polifenólicos que implican flavonoides, taninos, catequinas y semejantes, fenol de polivinilo, así como resol soluble en agua, resinas de novolak, y similares), lignina, y similares. Entre ellos, el tanino, ácido gálico, catequina y pirogalol son particularmente preferidos. El flavonoide antes mencionado no está particularmente limitado, y ejemplos del mismo incluyen, por ejemplo, la flavona, isoflavona, flavanol, flavanona, flavanol, antocianidina, aurona, chalcona, galato de epigalocatequina, galocatequina, teaflavina, daidzina, genistina, rutina, miricitrina, y similares.

El tanino antes mencionado es un nombre genérico de compuestos aromáticos que tienen una estructura complicada que tiene muchos grupos hidroxilo fenólicos, y que están ampliamente distribuidos en el reino vegetal. El tanino antes mencionado puede ser un tanino hidrolizado o un tanino condensado. Ejemplos del tanino incluyen tanino de hamamelis, tanino de caqui, tanino de té, tanino de roble de quejigo, tanino de agalla, tanino de mirobalan, tanino de divi-divi, tanino de algarrobilla, tanino de valonia, tanino de catequina, y similares. El tanino antes mencionado puede ser también un tanino hidrolizado descompuesto por un proceso tal como la hidrólisis o similares de un tanino que estaba presente en una planta.

Ejemplos del tanino mencionado que pueden ser también usados incluyen los disponibles comercialmente, tales como por ejemplo, "extracto ácido A de tánico", "ácido tánico B", "ácido tánico N", "ácido tánico industrial", "ácido tánico purificado", "ácido tánico Hi", "ácido tánico F", "ácido tánico Oficial" (todos los nombres son de artículos, fabricados por Dainippon Pharmaceutical Co., Ltd.), "ácido tánico: AL" (nombre de artículo, fabricado por Fuji Chemical Industry Co., Ltd.), y similares. Además, dos o más de los taninos antes mencionados se pueden utilizar simultáneamente. La lignina antes mencionada es un compuesto polímero de red que tiene un derivado fenólico, al que un grupo propilo está unido, como una unidad de base.

Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de dispersión concentrado, el contenido del compuesto fenólico es preferiblemente de 0,01 a 1000 partes en peso por 100 partes en peso del contenido de sólidos de las partículas de fosfato de metal. Cuando el contenido es inferior a 0,01 partes en peso, el efecto de la adhesión de las partículas de fosfato de metal al material de metal no es suficiente porque la absorción de las partículas se hace insuficiente, lo que puede conducir a la preocupación de que no se obtendrá el efecto esperado de adición. También, el contenido de 1000 partes en peso o mayor no es económico debido a que no puede conseguirse un efecto superior al efecto deseado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 0,1 partes en peso y un límite superior de 100 partes en peso son más preferidos, y un límite inferior de 0,5 partes en peso y un límite superior de 25 partes en peso son todavía más preferidos.

Por el contrario, cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, se prefiere que el contenido del compuesto fenólico sea de 1 a 1000 ppm. Un contenido fuera de este rango puede resultar en inconvenientes que son similares al caso del líquido de dispersión concentrado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 500 ppm son más preferidos, y un límite inferior de 10 ppm y un límite superior de 250 ppm son todavía más preferidos.

#### Otros aditivos

Ejemplos de aditivos distintos de los ingredientes descritos anteriormente en este documento incluyen los monosacáridos, espesantes de polisacáridos tales como goma de xantán, y similares. Estos se pueden usar solos, o dos o más de los mismos se pueden usar en combinación. Con respecto a los varios aditivos mencionados, el tipo, cantidad de adición y similares se pueden seleccionar libremente.

La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención además puede incluir un agente tensioactivo, un agente antiespumante, un agente antioxidante, un conservante, y similares, en un rango tal que no obstaculice el efecto ventajoso de la presente invención, además de los ingredientes anteriores.

#### Tensioactivo

Como tensioactivo, un tensioactivo aniónico o un tensioactivo no iónico pueden ser ejemplificados.

El tensioactivo no iónico no está particularmente limitado, y ejemplos del mismo incluyen, por ejemplo, alquil éter de polioxietileno, alquil éter de polioxialquileno, derivados de polioxietileno, copolímeros de bloque de oxietileno-oxipropileno, ésteres de ácidos grasos de sorbitano, ésteres de ácidos grasos de sorbitano de polioxietileno, ésteres de ácido graso de sorbitol de polioxietileno, ésteres de ácidos grasos de glicerina, ésteres de ácidos grasos de polioxietileno, alquilaminas de polioxietileno, amidas de alquilalcano, nonilfenol, alquilnonilfenoles, polioxialquilenglicol, óxido de alquilamina, acetilenodiol, éter de polioxietileno nonilfenilo, tensioactivos basados en silicio tales como polioxietileno alquilfenil éter modificado de silicio, tensioactivos no iónicos que se seleccionan de tensioactivos basados en flúor preparados mediante la sustitución de al menos un átomo de hidrógeno en un grupo hidrófobo de un tensioactivo basado en hidrocarburos con un átomo de flúor y que tienen equilibrio hidrófilo-lipófilo (HLB) de 6 o mayor. Entre ellos, el alquil éter de polioxietileno y alquil éter de polioxialquileno que tienen HLB de 6 o mayor, se prefieren en vista de la obtención de efectos de mejoras aún mayores en la presente invención.

El agente tensioactivo aniónico no está particularmente limitado, y ejemplos del mismo incluyen por ejemplo, sales de ácidos grasos, sales de ésteres de ácidos alquilsulfúricos, sales de éter alquílicos de ésteres del ácido sulfúrico, sulfonato de alquilbenceno, sulfonato de alquilnaftaleno, alquilsulfosuccinato, disulfonato de alquildifenil éter, sulfonato de polibisfenol, alquilfosfatos, sales de éster del ácido polioxietilalquilsulfúrico, sales del éster del ácido polioxietilalquilalilsulfúrico, sulfonato de alfa-olefina, sales de ácido de metil taurina, poliaspartato, carboxilato de éter, condensados de formalina-ácido naftalenosulfónico, ésteres alquilfosfato de polioxietileno, sales del éster de ácido fosfórico de éter de alquilo, y similares. Entre ellos, las sales de éster de ácido fosfórico de éter de alquilo se prefieren en vista de la obtención de los efectos de mejora de la presente invención. Sin embargo, como se ha descrito anteriormente en la explicación del compuesto de amina, el grupo de ácido transportado por el tensioactivo aniónico puede interactuar con el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos produciendo con ello un fallo en la exhibición de función suficiente del compuesto de amina. Por lo tanto, se prefiere neutralizar el grupo ácido llevado por el tensioactivo aniónico con amoniaco o una agente de neutralización basado en amina tal que el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos esté presente en forma de amina libre. La cantidad de agente neutralizante a base de amina que se utilizará en la neutralización varía dependiendo del tipo del grupo ácido llevado por el tensioactivo aniónico y el agente de neutralización basado en amina, así como el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos; por lo tanto, se prefiere que las condiciones sean ajustadas apropiadamente cuando se utiliza un tensioactivo aniónico. Ejemplos del agente neutralizante a base de amina incluyen, por ejemplo, dietilamina (DEA), trietilamina (TEA), monoetanolamina (META), dietanolamina (DETA), trietanolamina (TETA), dimetiletanolamina (DMEA), dietiletanolamina (DEEA), isopropiletanolamina (IPEA), diisopropanolamina (DIPA), 2-amino-2-metilpropanol (AMP), 2-(dimetilamino)-2-metilpropanol (DMAMP), morfolina (MOR), N-metilmorfolina (NMM), N-étilmorfolina (NEM), y similares. Entre ellos, el 2-amino-2-metilpropanol (AMP) se utiliza preferentemente.

Ejemplos del agente de neutralización basado en amina pueden incluirse en los del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos. En otras palabras, el agente de neutralización basado en amina y el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos pueden ser iguales o diferentes.

El tensioactivo aniónico o no iónico puede no estar incluido de manera similar al agente quelante como se describió anteriormente cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de dispersión concentrado. Cuando la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies, se prefiere que el contenido del tensioactivo aniónico o el tensioactivo no iónico sea de 3 a 500 ppm. Cuando el contenido está dentro de este intervalo, el efecto ventajoso de la presente invención puede ser favorablemente realizado. Con respecto al contenido, un límite inferior de 5 ppm y un límite superior de 300 ppm son los más preferidos. El tensioactivo puede ser utilizado solo, o dos o más de los mismos se pueden usar en combinación.

#### Compuesto de nitrito de metal

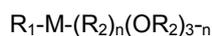
Se puede añadir a la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención un compuesto de nitrito de metal divalente o trivalente según se necesite para suprimir aún más la generación de herrumbre.

#### Sal alcalina

Se puede añadir a la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención una sal alcalina tal como carbonato de sodio con el fin de estabilizar aún más las partículas de fosfato de metal para que formen una película de revestimiento de conversión diminuta en la etapa de tratamiento de conversión de fosfato llevada a cabo posteriormente.

#### Método para la producción de la composición para acondicionamiento de una superficie de metal

El método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención se caracteriza por incluir el someter una materia prima de fosfato de un metal divalente o trivalente a pulverización húmeda en un medio de dispersión en presencia de un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos y que está en la forma de amina libre, y al menos un alcóxido de metal representado por la fórmula general siguiente:



en donde M representa silicio, titanio o aluminio;

$R_1$  representa un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono y está sustituido o no sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alquenilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

$R_2$  representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2

Con respecto al compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos, se puede aplicar la explicación anterior relativa a la composición del acondicionamiento de la superficie de metal. Mientras tanto, como la materia prima del fosfato de metal divalente o trivalente, se puede utilizar un hidrato del fosfato. En el caso del fosfato de zinc, están el tetrahidrato, dihidrato, y monohidratos como el hidrato del fosfato; sin embargo, el tetrahidrato representado por  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  es el más común entre estos. Este tetrahidrato se puede obtener, por ejemplo, por la mezcla de los líquidos diluidos de sulfato de zinc e hidrogenofosfato disódico en una relación molar de 3: 2 seguido de calentamiento o permitir que la solución de ácido fosfórico acuoso diluido y el óxido de zinc o carbonato de zinc reaccionen, respectivamente. El tetrahidrato resultante está generalmente en la forma de sólido incoloro y cristalino, si no puede ser utilizado directamente un producto disponible en el mercado en forma de un polvo blanco. Además, otro fosfato como materia prima del de metal divalente o trivalente que se puede utilizar es el no hidrato.

La forma de la materia prima del fosfato de metal divalente o trivalente no está particularmente limitada, sino que se puede utilizar uno que tenga una forma arbitraria. Aunque los productos disponibles en el mercado están generalmente en forma de un polvo blanco, la forma del polvo puede ser cualquiera, tal como partículas diminutas, placas, escamas, o similares. Además, el diámetro de partícula del fosfato de materia prima no está particularmente limitado, pero en general se puede utilizar los polvos que presentan un  $D_{50}$  de aproximadamente varios micrómetros ( $\mu m$ ). Alternativamente, los que tienen un diámetro de partícula primaria de varias decenas de micrómetros son también aceptables. Los productos disponibles comercialmente como pigmentos de prevención de óxido, en particular tales productos que tienen una acción de tampón mejorada mediante el tratamiento para impartir basicidad, se pueden utilizar adecuadamente.

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, la dispersión se ejecuta en el medio de dispersión que se ha descrito anteriormente hasta que el fosfato de metal divalente o trivalente de materia prima tiene un diámetro de partícula predeterminado. Este proceso es referido como la pulverización en húmedo. Con la pulverización en húmedo, permitiendo que el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1.000 o menos esté presente, este compuesto de amina contribuye eficazmente a la dispersión del fosfato de metal. Según esto, se puede obtener en un corto período de tiempo un fosfato de metal que tiene un diámetro de partícula deseado. Aunque la pulverización en húmedo se puede también llevar a cabo usando otros dispersantes si no se permite que el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1.000 o menos esté presente, el efecto no se puede realizar en tal caso. Sin embargo, se puede realizar un excelente efecto de la composición para acondicionamiento de superficies mediante la adición del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos después de la ejecución de la dispersión hasta que el diámetro de partícula alcance un tamaño predeterminado. Se prefiere que la cantidad del fosfato de metal divalente o trivalente de materia prima utilizada en el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención represente de 5 a 80% en peso de la cantidad total de la dispersión líquida resultante. Una cantidad de menos de 5% en peso puede dar como resultado un deterioro de la eficiencia de la producción, mientras que una cantidad superior a 80% en peso puede dar lugar a la probabilidad de fracaso en la consecución de suficiente estabilidad de dispersión de la dispersión líquida concentrada obtenida. El límite inferior es más preferentemente de 10% en peso, y aún más preferiblemente de 20% en peso. Por otra parte, el límite superior es más preferentemente de 65% en peso, y aún más preferiblemente de 50% en peso. Cuando no se permite que el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos esté presente, el uso del fosfato de metal de materia prima a una concentración tan alta es extremadamente difícil.

Mientras tanto, en relación con la cantidad del compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos usado en el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se prefiere que el límite inferior sea de 0,01 partes en peso, y el límite superior sea de 1000 partes en peso por 100 partes en peso de la partícula de fosfato de metal de materia prima. Cuando la cantidad es inferior a 0,01 partes en peso, el efecto ventajoso de la presente invención puede no realizarse. Por el contrario, una cantidad superior a 1000 partes en peso no es económica debido a que no se puede lograr un efecto superior al efecto deseado. El límite inferior es más preferentemente de 0,1 partes en peso, y aún más preferiblemente de 0,5 partes en peso. Por otra parte, el límite superior es más preferentemente de 100 partes en peso, y aún más preferiblemente de 50 partes en peso.

Además, en el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, la pulverización en húmedo se puede realizar en el medio de dispersión al que se añaden aditivos y otros ingredientes junto con el compuesto de amina. Ejemplos de tales aditivos incluyen diversos ingredientes generalmente utilizados en composiciones para acondicionamiento de superficies, tales como minerales de arcilla en capas, agentes quelantes, alcóxidos de metal, y compuestos fenólicos. Además, ejemplos de otros ingredientes incluyen agentes tensioactivos, agentes desespumantes, agentes de prevención de la oxidación, conservantes, y similares. Con respecto a las sustancias y a la cantidad de uso de estos ingredientes, la explicación anterior relativa a la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención se puede aplicar en su totalidad.

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, el método de pulverización en húmedo no está particularmente limitado, sino que se puede emplear un medio común para la pulverización en húmedo. Por ejemplo, se puede emplear uno cualquiera de los molinos de grano tipificados por el tipo de disco, tipo de pasador y similares, homogeneizadores de alta presión, y máquinas de dispersión sin

medios tipificadas por las máquinas de dispersión por ultrasonido. Además, la pulverización en húmedo se puede realizar en un medio de dispersión que no sea el medio acuoso, y a partir de entonces, el medio de dispersión se puede someter al reemplazo de disolvente con un medio acuoso. Se prefiere que el  $D_{50}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente en el medio de dispersión obtenido por el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención sea de 3  $\mu\text{m}$  o menos. Un límite inferior preferible es de 0,01  $\mu\text{m}$ . Cuando el  $D_{50}$  está fuera de este rango, puede haber problemas con la estabilidad, o un fracaso en el logro de la excelente actuación como composición para acondicionamiento de superficies, puede ser probable.

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, el  $D_{50}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente se puede regular en el intervalo de 3  $\mu\text{m}$  o menos para cumplir con el uso previsto. En consecuencia, se puede obtener un líquido de dispersión acuosa que es excelente en cuanto a la estabilidad de la dispersión. El  $D_{50}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente puede ser de 1  $\mu\text{m}$  o menos, o aún más, de 0,2  $\mu\text{m}$  o menos.

En la pulverización en húmedo, se prefiere que el  $D_{90}$  de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente resultante sea monitorizado para ser de 4  $\mu\text{m}$  o menos. De esta manera, se puede prevenir un exceso de dispersión, y se puede prevenir la agregación, así como el engrosamiento o reagregación de las partículas diminutas. Además, es deseable seleccionar condiciones de formación y de propagación que no causen excesiva dispersión.

En relación con el  $D_{90}$  de las partículas de fosfato de metal obtenidas por el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se prefiere que el límite inferior sea de 0,01  $\mu\text{m}$ , y el límite superior sea de 4  $\mu\text{m}$ . Cuando el  $D_{90}$  es menor de 0,01  $\mu\text{m}$ , es probable que se produzca la agregación de las partículas debido al fenómeno de la dispersión excesiva. Cuando el  $D_{90}$  es mayor de 4  $\mu\text{m}$ , la proporción de partículas de fosfato de metal diminutas disminuye; por lo tanto, no es adecuado en la obtención de una película de revestimiento de conversión con alta calidad. El límite inferior es más preferiblemente de 0,05  $\mu\text{m}$ , y el límite superior es más preferiblemente de 2  $\mu\text{m}$ .

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se puede obtener en un corto período de tiempo una dispersión en la que el  $D_{50}$  es de 3  $\mu\text{m}$  o menos en el medio de dispersión, incluso si las partículas que presentan un  $D_{50}$  mayor de 3  $\mu\text{m}$  o las que tienen un diámetro de partícula primaria de varias decenas de micrómetros se utilizan como el fosfato de metal de materia prima. Esto es porque el diámetro de partícula primaria de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente se puede disminuir mediante la realización de la pulverización en húmedo según el proceso como se describió anteriormente, sin necesidad de utilizar partículas de fosfato de metal divalente o trivalente que tengan originalmente un diámetro de partícula primaria pequeño.

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, se prefiere terminar la pulverización en húmedo en el instante en que el diámetro medio de partícula de la partícula de fosfato alcanza el valor deseado. Según el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, el período de tiempo para llevar a cabo la pulverización en húmedo se puede acortar. Aunque no se puede hacer una referencia clara ya que el período de tiempo específico puede variar dependiendo del rendimiento del instrumento, puede haber casos en los que el período de tiempo para la dispersión se puede reducir a la mitad o menos cuando se usa el mismo instrumento. Para hacer que el diámetro medio de partícula de las partículas de fosfato tenga el valor previsto, al menos 30 minutos serán necesarios.

Mediante la adición de una cantidad predeterminada de aditivos necesarios y otros ingredientes al líquido de dispersión obtenido para llevar a cabo la pulverización en húmedo como se ha descrito anteriormente, se obtiene el líquido de dispersión concentrado. En el caso en que se añadan los aditivos necesarios y otros ingredientes en el curso de la pulverización en húmedo, se obtendrá el líquido de dispersión concentrado a través de la realización de la pulverización en húmedo. Además, el compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos se puede añadir en esta etapa. Esto implica la circunstancia de añadir más del compuesto de amina en un intento de ajustar la cantidad de la misma, además del caso como el descrito anteriormente en el que el compuesto de amina no se utiliza en el curso de la pulverización en húmedo.

En el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, el líquido de dispersión concentrado obtenido como se describe anteriormente se diluye con agua a una relación de dilución de 5 a 10.000 veces para ajustar la concentración a un nivel preferible para el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies. En esta etapa, o después de la dilución, se añaden los aditivos necesarios y los otros aditivos en una cantidad predeterminada, y por último, se ajusta el pH para que sea de 3 a 12. Por consiguiente, se obtiene el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies. El líquido de tratamiento resultante para acondicionamiento de superficies es también un aspecto de la presente invención.

## Método para acondicionamiento de superficies

El método para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluye una etapa para poner en contacto el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies con una superficie del material de metal (la primera etapa de fosfatado). De esta forma, las partículas diminutas del fosfato de metal divalente o trivalente se pueden adherir en cantidad suficiente a la superficie de no sólo los materiales de metales a base de hierro y a base de zinc sino también de los materiales de metales resistentes a la conversión tales como los materiales de metales a base de metal de aluminio y chapas de acero de alta resistencia, y se forma una película de revestimiento de conversión favorable en la siguiente etapa de tratamiento de conversión (la segunda etapa de fosfatado). Además, diferentes tipos de materiales de metales que tienen una parte de contacto de diferentes tipos de metal, tales como, por ejemplo, un material de metal basado en hierro o zinc y un material de metal a base de aluminio pueden ser tratados al mismo tiempo, y por lo tanto la película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento puede formarse sobre la superficie del material de metal en la etapa de tratamiento de conversión.

## Etapa de tratamiento de acondicionamiento de la superficie

El proceso para llevar el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies en contacto con la superficie de material de metal en el método anterior para acondicionamiento de superficies no está particularmente limitado, sino que puede emplearse libremente un método convencionalmente conocido, tal como la inmersión o pulverización.

El material de metal que se va a someter al acondicionamiento de la superficie no está particularmente limitado, y el proceso es aplicable a una variedad de metales sometidos en general al tratamiento de conversión de fosfato, tales como, por ejemplo, las placas de acero galvanizado, materiales de metales a base de aluminio, tales como de aluminio o aleaciones de aluminio, aleaciones de magnesio, o materiales de metal a base de hierro, tales como placas de acero laminadas en frío y placas de acero de alta resistencia. Además, es adecuadamente aplicable a un uso en el que los diferentes tipos de materiales de metales tales como, por ejemplo, un acero de hierro o chapa de acero galvanizado y un material de metal a base de aleación de aluminio o de aluminio se someten simultáneamente al tratamiento.

Por otra parte, cuando se usa el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies de la presente invención, puede llevarse a cabo una etapa de acondicionamiento de la superficie en combinación con el desengrasado. En consecuencia, la etapa de lavado con agua después de un tratamiento de desengrasado puede ser omitida. En la etapa de acondicionamiento de la superficie en combinación con el desengrasado mencionada anteriormente, se puede añadir un constructor inorgánico alcalino conocido, un constructor orgánico conocido o similares con el propósito de mejorar la detergencia. Además, se pueden añadir un fosfato condensado conocido o similares. En el acondicionamiento de la superficie como se describe anteriormente, el tiempo de contacto del líquido de tratamiento para acondicionamiento de la superficie con la superficie del material de metal, y la temperatura del líquido de tratamiento para acondicionamiento de la superficie no están particularmente limitados, sino que el proceso puede llevarse a cabo en condiciones conocidas convencionalmente.

## Etapa de tratamiento de conversión

Después de realizar el acondicionamiento de la superficie, se lleva a cabo el tratamiento de conversión a fin de permitir la producción de una placa metálica tratada de conversión. El proceso para el tratamiento de conversión no está particularmente limitado, sino que se puede emplear uno cualquiera de los diversos procesos conocidos, tales como el tratamiento de inmersión, tratamiento de pulverización, o tratamiento electrolítico. Múltiples tipos de estos pueden llevarse a cabo en combinación.

También con respecto al fosfato de metal que constituye la película de revestimiento de conversión para ser depositada en el material de metal de la superficie, este no está particularmente limitado, siempre y cuando se trate de un fosfato de metal, y sus ejemplos incluyen fosfato de cinc, fosfato de hierro, fosfato de manganeso, fosfato de zinc-calcio y similares, pero no se limitan a los mismos. Entre ellos, se prefiere el fosfato de zinc. En el tratamiento de conversión, el tiempo de contacto del agente de tratamiento de conversión con la superficie del material de metal, y la temperatura del agente de tratamiento de conversión no están particularmente limitados, y el tratamiento puede realizarse en condiciones conocidas convencionalmente.

## Etapa de revestimiento

Después de llevar a cabo las etapas mencionadas anteriormente de acondicionamiento de superficies y tratamiento de conversión, puede producirse una placa de acero con revestimiento realizando más revestimiento. El proceso de revestimiento es generalmente de revestimiento por electrodeposición.

La pintura para uso en el revestimiento no está particularmente limitada, pero puede ser de varios tipos generalmente utilizados en el revestimiento de una placa de metal tratado por conversión, y ejemplos de los mismos incluyen, por ejemplo, pinturas de epoximelamina, así como pinturas para la electrodeposición catiónica, pintura de

revestimiento intermedio a base de poliéster y pinturas de revestimiento de acabado a base de poliéster, y similares. Se puede emplear un proceso conocido en el que después del tratamiento de conversión, se lleva a cabo una etapa de lavado antes del revestimiento.

#### Efectos de la invención

5 La composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención permite que diferentes tipos de materiales de metal unidos o en contacto sean sometidos simultáneamente a un tratamiento de acondicionamiento de la superficie, y posteriormente permite la formación de la película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento después del tratamiento de conversión. Además, incluso en el caso en que  
10 la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención se aplique a un material de metal resistente a la conversión tal como una placa de acero de alta resistencia, puede formarse la película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento después del tratamiento de conversión. Además, también es excelente en cuanto a la estabilidad de la dispersión.

Esto se cree que resulta del hecho de que la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención incluye un compuesto de amina determinado junto con las partículas de fosfato de metal con un diámetro  
15 de partícula mínimo. Más específicamente, en la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención, el compuesto de amina determinado como se describe anteriormente funciona como un dispersante de las partículas de fosfato de metal para mejorar la estabilidad de la dispersión de las mismas. Mientras tanto, en el acondicionamiento de la superficie, se cree que el compuesto de amina interactúa con el de metal, que es un tema a tratar, a través de un enlace de hidrógeno o similar, para permitir por ello que las partículas de fosfato sean  
20 adheridas de manera eficiente a la superficie metálica. En particular, se espera que este efecto sea grande cuando el compuesto de amina tiene un grupo hidroxilo. Tal mejora del rendimiento de acondicionamiento de superficies se cree que conduce a la formación de una película de revestimiento de conversión que es más densa que las convencionales, y a la formación de la película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento sobre una parte de contacto de diferentes tipos de metales o en un material de metal resistente a la conversión, tales como una placa de acero de alta resistencia.  
25

Además, el método para la producción de la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención puede proporcionar partículas de fosfato que tienen un diámetro de partícula predeterminado en un período de tiempo que es más corto que con los métodos convencionales. Se cree que al permitir que el compuesto de amina especificado anteriormente esté presente en la pulverización en húmedo, el compuesto de amina interactúa con la superficie de las partículas de fosfato pulverizadas para servir de esta manera como un dispersante. En la técnica anterior, se utilizaron a menudo moléculas de polímero que cubren las partículas enteras como dispersante; sin embargo, se cree que el uso del compuesto de amina que es más pequeño que las moléculas de polímero permite que se forme un estado de dispersión muy pequeño. Además, usando el compuesto de amina, se ha podido producir una composición para acondicionamiento de superficies en una concentración superior a la de los métodos convencionales.  
30  
35

Estos efectos ventajosos no se pueden realizar por la mera utilización del compuesto de amina como un agente de neutralización. En otras palabras, el compuesto de amina debe funcionar directamente como un dispersante del fosfato de zinc. Más específicamente, se cree que se realiza un efecto excelente por medio de la creación de un estado en el que el compuesto de amina que está libre interactúa con las partículas de fosfato.

#### 40 Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 muestra un dibujo esquemático de una placa de ensayo de aluminio de corrosión electrolytica utilizada en los Ejemplos.

#### Modo preferido de realización de la invención

La presente invención se explicará en más detalle a continuación por medio de ejemplos, pero la presente invención no se limita sólo a estos ejemplos. En los siguientes ejemplos, "parte" o "%" representan cada uno "parte en peso", o "% en peso". Además, en el tratamiento de acondicionamiento de superficies, el líquido de tratamiento que en realidad se pone en contacto con el material de metal se denomina como "líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies", mientras que el líquido de dispersión de las partículas de fosfato de metal para su uso en la producción del líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies por medio de la dilución se conoce como "líquido de dispersión concentrado". El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtiene por dilución de la dispersión líquida concentrada con un disolvente tal como el agua para dar una concentración predeterminada, y la adición de los aditivos necesarios, seguido de ajuste del pH.  
45  
50

#### Ejemplo 1 (no es parte de la invención)

Se añadieron a 79 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de N,N-dimetiletanolamina, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de  
55

llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. La dispersión líquida concentrada resultante se diluyó con agua del grifo para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1%, y se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies ajustando el pH a 9 con dimetiletanolamina.

Ejemplos 2, 3 (ambos no son parte de la invención)

5 Se añadieron a 79 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de trietanolamina (en el Ejemplo 3, se utilizó N-β(aminoetil) etanolamina), y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies a partir del líquido de dispersión concentrado obtenido, de una manera similar al Ejemplo 1.

10 Ejemplo 4

Se añadieron a 69 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, 10 partes en peso de trietanolamina y 1 parte en peso de 3-mercaptopropilmetildimetoxisilano, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies a partir del líquido de dispersión concentrado obtenido, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 5 (no es parte de la invención)

Se añadió a 78 partes en peso de agua pura, 1 parte en peso de saponita ("Sumecton SA", nombre del artículo, capacidad de intercambio catiónico: 100 meq/100 g, diámetro medio de partícula en el estado dispersado en agua: 0,02 μm, fabricada por Kunimine Industries Co., LTD), y se realizó una dispersión preliminar con un dispersante a 3000 rpm. Después de esto, se añadieron 1 parte en peso de N,N-dimetiletanolamina y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies a partir del líquido de dispersión concentrado obtenido, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 6 (no es parte de la invención)

25 Se añadieron a 138 partes en peso de agua pura 40 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 2 partes en peso de N,N-dimetiletanolamina, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. A partir de entonces, se añadieron a la mezcla 20 partes en peso de polietilenglicol ("Alumax R400", nombre del artículo, fabricado por Meiwa Kagaku Kogyo KK). El líquido de dispersión concentrado resultante se diluyó con agua del grifo para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1%, y se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies tras ajustar el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 7

Se dispersó de forma preliminar 3-mercaptopropilmetildimetoxisilano en una cantidad de 0,2 partes en peso y 1 parte en peso de trietanolamina en 78,8 partes en peso de agua pura con un disper a 3000 rpm. Después de esto, se añadieron 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc a la misma, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Después de diluir el líquido de dispersión concentrado en agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1%, se añadieron 2 partes en peso de tripolifosfato de sodio al mismo, y el pH de la mezcla se ajustó a 9 con amoníaco.

Ejemplo 8 (no es parte de la invención)

40 Se añadieron a 79 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de dietanolamina, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Después de diluir dicho líquido de dispersión concentrado con agua pura para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1%, se añadió 2 partes en peso basado en el contenido de sólidos de un copolímero de ácido sulfónico y ácido poliacrílico ("Aron A6020", nombre del artículo, contenido en sólidos: 40%, fabricado por Toagosei Chemical Industry Co., Ltd.) al mismo, y el pH de la mezcla se ajustó a 9 con dietanolamina (supra).

Ejemplo 9 (no es parte de la invención)

50 Se añadieron a 76,5 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, 1 parte en peso de dietanolamina y 2,5 partes en peso de "Aron A6020" (supra), y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo mediante la preparación del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 10

Se dispersaron de forma preliminar 3-mercaptopropilmetildimetoxisilano en una cantidad de 1 parte en peso y 1 parte en peso de trietanolamina en 77 partes en peso de agua pura con un disper a 3000 rpm. Después de esto, se añadieron 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de carboximetilcelulosa (CMC) ("APP84", nombre de artículo, fabricado por Nippon Paper Industries Co., Ltd.) a la misma, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo mediante la preparación de líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 11 (no es parte de la invención)

Se añadieron A 78 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, 1 parte en peso de dietiletanolamina y 1 parte en peso de una resina de uretano ("TAFIGEL PUR40", nombre de artículo, fabricado por Kusumoto Chemicals, Ltd.), y se hizo una dispersión con un molino SG de 60 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo mediante la preparación del líquido de dispersión concentrado obtenido, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 12

Se dispersaron de forma preliminar 3-metacriloxipropilmetiltrimetoxisilano en una cantidad de 1 parte en peso y 1 parte en peso de trietanolamina en 77 partes en peso de agua pura con un disper a 3000 rpm. Después, se añadieron 20 partes de peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de poliamida ("AQ-50", nombre del artículo, fabricado por Kusumoto Chemicals, Ltd.) a la misma, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo mediante la preparación del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 13 (no es parte de la invención)

Se añadieron a 31,7 partes en peso de agua pura 3,3 partes en peso de trietanolamina y 65 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. Después de diluir la dispersión en agua pura dos veces, se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies mediante su preparación a partir del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 14 (no es parte de la invención)

Se añadieron a 79,8 partes en peso de agua pura 0,2 partes en peso de trietanolamina y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo a partir del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 15 (no es parte de la invención)

Se añadió a 77,9 partes en peso de agua pura 2 partes en peso de hectorita sintética ("Laponite RD", nombre del artículo, capacidad de intercambio de cationes: 120 meq/100 g, diámetro de partícula promedio en el estado dispersado en agua: 0,05 µm, fabricado por Toshin Chemicals Co., Ltd.), y se hizo una dispersión preliminar con un disper a 3000 rpm. A partir de entonces, se añadieron 0,1 partes en peso de trietanolamina y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc a la misma, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo a partir del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

Ejemplo 16 (no es parte de la invención)

Se mezclaron nitrato de zinc 0,1 M y fosfato de sodio monobásico 1 M con agitación para permitir que se produjeran precipitados por calentamiento a 80° C dos veces. Se repitió la separación por centrifugación (2000 rpm, durante 5 minutos) y lavado con agua cinco veces para producir una pasta de fosfato de zinc. La pasta de fosfato de zinc se ajustó para dar una concentración de contenido sólido de 20 partes en peso y para incluir metildietanolamina en 1 parte en peso, y se hizo la dispersión de manera similar a la del Ejemplo 1. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo mediante el líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

## Ejemplo 17 (no es parte de la invención)

5 Se añadieron a 78 partes en peso de agua pura 1 parte en peso de metildietanolamina, 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 1 parte en peso de ácido gálico, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 120 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

## Ejemplo 18 (no es parte de la invención)

10 Después de diluir el líquido de dispersión concentrado obtenido en el Ejemplo 17 con agua del grifo para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1%, se añadió además epicatequina al mismo en una cantidad de 1 parte en peso por 20 partes en peso de las partículas de fosfato de zinc. Se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies a través de ajustar el pH a 9 con NaOH.

## Ejemplo comparativo 1

15 Se añadieron a 79 partes en peso de agua pura 1 parte en peso de trietanolamina y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 15 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80% para obtener un líquido de dispersión concentrado con un diámetro de partícula de 3,9  $\mu\text{m}$ . Se obtuvo el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar a la del Ejemplo 1.

## Ejemplo comparativo 2

20 Se añadieron a 78 partes en peso de agua pura, 1 parte en peso de sílice coloidal ("Aerosil (R) 300", nombre de artículo,  $\text{SiO}_2$ , fabricado por NIPPON AEROSIL CO., LTD.), y se hizo una dispersión preliminar con un disper a 3000 rpm. Después de esto, se añadieron 1 parte en peso de fosfato terciario de sodio y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc a la misma, y se hizo la dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar a la del Ejemplo 1.

## Ejemplo Comparativo 3

25 Se preparó una dispersión preliminar de 5 partes en peso de una solución al 20% de polialilamina ("PAA-03", nombre del artículo, peso molecular: 3000, contenido en sólidos: 20%, fabricado por Toyobo Co., Ltd.) en 75 partes en peso de agua pura, y a esto se añadieron 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc. Después de la dispersión con un molino SG durante 3180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de circonio (1 mm) de 80%, el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar a la del Ejemplo 1.

## Ejemplo comparativo 4

35 Se añadieron a 76 partes en peso de agua pura 4 partes en peso de amoniaco acuoso al 25% y 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

## Ejemplo comparativo 5

40 Se añadió a 79 partes en peso de agua pura 1 parte en peso de carboximetilcelulosa (supra), y se realizó una dispersión preliminar con un disper a 3000 rpm. Después, se añadieron 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc a la misma, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 360 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar a la del Ejemplo 1.

## Ejemplo Comparativo 6

45 Se añadieron a 77,5 partes en peso de agua pura 20 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 2,5 partes en peso de poliácido acrílico sódico con un peso molecular de 10.040, y se hizo una dispersión con un molino SG durante 360 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar a la del Ejemplo 1.

## Ejemplo Comparativo 7

Se añadieron a 31,7 partes en peso de agua pura 65 partes en peso de partículas de fosfato de zinc y 3,3 partes en peso de carboximetilcelulosa (supra), y se hizo una dispersión con un molino SG durante 180 minutos a una velocidad de llenado de las cuentas de óxido de circonio (1 mm) de 80%. El líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies se obtuvo del líquido de dispersión concentrado resultante, de una manera similar al Ejemplo 1.

## Ejemplo Comparativo 8

Se diluyó un agente de acondicionamiento de superficies en polvo a base de titanio ("5N10", nombre del artículo, fabricado por NIPPON PAINT CO., LTD.) con agua del grifo hasta el 0,1%, y el pH se ajustó a 9 con NaOH.

## 10 Producción de la placa de ensayo 1

Una placa de acero laminado en frío (SPC) (70 mm x 150 mm x 0,8 mm), una placa de aluminio (Al) (serie # 6000, 70 mm x 150 mm x 0,8 mm), una placa de galvanizado (GA) (70 mm x 150 mm x 0,8 mm), y una placa de acero de alta resistencia (70 mm x 150 mm x 1,0 mm) se sometieron respectivamente a un tratamiento de desengrasado usando un agente desengrasante ("SURFCLEANER ec92", nombre de artículo, al 2%, fabricado por NIPPON PAINT CO., LTD.) a 40° C durante 2 minutos. Después, utilizando los líquidos de tratamiento para acondicionamiento de superficies de los Ejemplos 1 a 18 y Ejemplos Comparativos 1 a 8 obtenidos como se ha descrito anteriormente, se llevó a cabo el tratamiento de acondicionamiento de superficies a temperatura ambiente durante 30 segundos. Las composiciones de los líquidos de tratamiento para el acondicionamiento de superficies obtenidas como en lo anterior se muestran en la Tabla 1. Posteriormente, cada placa de acero se sometió a un tratamiento de conversión utilizando un líquido de tratamiento de fosfato de zinc ("SURFDINE SD6350", nombre de artículo, fabricado por NIPPON PAINT CO., LTD.) con un método de inmersión a 35° C durante 2 minutos, seguido de lavado con agua, lavado con agua pura, y secado para obtener una placa de ensayo.

## Producción de la placa de ensayo 2

De manera similar a la Producción de la placa de ensayo 1 anteriormente mencionada, se produjo una placa de aluminio 3 y una placa galvanizada 2 sometidas al tratamiento de desengrasado, y la placa de aluminio 3 y la placa galvanizada 2 después del tratamiento de desengrasado se unieron mediante un clip 5 como se muestra en la Fig. 1. A continuación, las placas de acero unidas fueron sometidas, de manera similar a la producción de la placa de ensayo 1, al tratamiento de acondicionamiento de superficies, un tratamiento de conversión, lavado con agua, lavado con agua pura, y secado para obtener la placa de ensayo.

## 30 Ensayo de Evaluación

Según los métodos siguientes, se determinaron el diámetro de partícula y la estabilidad de las partículas de fosfato de zinc de los líquidos de tratamiento resultantes para acondicionamiento de superficies, y se llevaron a cabo diversas evaluaciones de las placas de ensayo así obtenidas. Los resultados para la estabilidad se muestran en la Tabla 3, mientras que los otros resultados se muestran en la Tabla 2. Con respecto a la placa de acero producida en la "Producción de placa de ensayo 2", la evaluación se hizo sobre una parte de la corrosión electrolytica 1 de la placa de aluminio 3. En la Tabla 2, las producidas en "Producción de la placa de Ensayo 1" se designan como "SPC", "GA", "Al", y "placa de acero de alta resistencia", mientras que las producidas en "Producción de la placa de ensayo 2" se designan como "Al (parte de corrosión electrolytica)".

## Determinación del diámetro de partícula de las partículas de fosfato de zinc

Con respecto a los diámetros de partícula de las partículas del fosfato de zinc incluidas en el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies obtenido en los Ejemplos o Ejemplos Comparativos, se determinó la distribución del diámetro de partícula utilizando un analizador de tamaño de partícula de tipo de difracción óptica ("IA-500", nombre del artículo, fabricado por Horiba, Ltd.), y se monitorizaron el diámetro medio  $D_{50}$  de partícula (de dispersión) y  $D_{90}$  para determinar el  $D_{50}$ , y  $D_{90}$ .

En cuanto a los Ejemplos 1, 2, 3, 4, 5, 9 y 13, y Ejemplos comparativos 5 y 6, el  $D_{50}$  se midió una hora después de iniciar la dispersión.

## Apariencia de la película de revestimiento

Se evaluó visualmente la apariencia de la película de revestimiento de conversión formada sobre la base de los siguientes estándares. Además, se observó la presencia o ausencia de la generación de herrumbre después del secado. En el caso en el que se generó el óxido, se designó como "generación de herrumbre".

A: que cubre de manera uniforme y minuciosamente toda la cara

B: cubre aproximadamente toda la cara

C: hubo partes que no estaban cubiertas

D: no se formó casi ninguna película de revestimiento de conversión

- 5 Además, se midió el tamaño de los cristales de la película de revestimiento de conversión formada con un microscopio electrónico.

Cantidad de adhesión

- 10 Se determinaron los valores de la adherencia después del sometimiento al tratamiento de acondicionamiento de superficies y, de posteriormente reposo durante una hora seguido de secado, con un aparato de rayos X fluorescentes de medición ("XRF-1700", nombre del artículo, fabricado por Shimadzu Corporation).

Cantidad de la película de revestimiento de conversión

Se midió la masa de la película de revestimiento de conversión mediante un aparato de medición de fluorescencia de rayos X ("XRF-1700", nombre del artículo, fabricado por Shimadzu Corporation).

- 15 Cuando se utilizaron materiales de metales que son comparativamente excelentes en la capacidad de tratamiento de conversión tales como SPC o GA, el rendimiento de conversión se considera que es más alto a medida que el diámetro de la partícula es más pequeño y a medida que la cantidad de la película de revestimiento sea menor ya que se desea la formación de una película de revestimiento trasparente lo más densa posible. Por el contrario, en los casos de materiales de metales con resistencia a la conversión, tales como los materiales de metales a base de aluminio y las placas de alta resistencia de acero, se requiere un aumento en la cantidad de la película de revestimiento trasparente debido al bajo rendimiento del tratamiento de conversión. Por lo tanto, se considera que
- 20 una mayor cantidad de la película de revestimiento muestra un rendimiento de conversión más elevado.

Resistencia a la corrosión

- 25 Las placas de ensayo después del tratamiento de conversión se sometieron a revestimiento por electrodeposición de cationes con una pintura para la electrodeposición de cationes, pintura ("POWERNIX 110", nombre del artículo, fabricado por NIPPON PAINT CO., LTD.), de tal manera que el espesor de la película seca se convirtió en 20 µm. Las placas de ensayo se produjeron mediante el lavado con agua, y después cocción por calentamiento a 170° C durante 20 minutos. Después de hacer dos cortes longitudinalmente paralelos a fin de llegar al material de base, se sometieron a una prueba de inmersión de sal (agua salada 5%, por inmersión durante 480 horas a 35° C). Después de ello, se realizó tratamiento con cintas adhesivas de las porciones cortadas, y se evaluó la anchura despojada.

- 30 Estabilidad temporal

La evaluación de la estabilidad temporal de los líquidos de tratamiento para el acondicionamiento de superficies obtenidos en los Ejemplos 4, 6, 7, 11, 15, 19, y Ejemplos comparativos 5, 8 se llevó a cabo mediante la comparación visual de la capacidad de conversión de la SPC para el líquido de tratamiento a temperatura ambiente después de un lapso de 30 días con la capacidad de conversión inicial sobre la base de las siguientes normas.

- 35 A: el aspecto de la película de revestimiento es equivalente al inicial

B: película de revestimiento formada aunque inferior a la inicial

C: casi ninguna película de revestimiento de conversión formada

Tabla 1

	Fosfato		Compuesto de amina		Alcóxido de metal		Mineral de arcilla en capas		Otros aditivos		Tiempo de dispersión (minutos)	Diámetro de partícula (1 hora)		Diámetro de partícula (final)		pH
	Tipo	Cantidad	Tipo	Cantidad	Tipo	Cantidad	Tipo	Cantidad	Tipo	Cantidad		D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>	D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>	
Ejemplo 1	Fosfato de zinc	20%	N,N-dimetil-tanolamina	1%							180		0,82	0,49	0,83	9
Ejemplo 2	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	1%							180		0,91	0,42	0,73	9
Ejemplo 3	Fosfato de zinc	20%	N-β(aminoetil) etanolamina	1%							120		0,78	0,47	0,79	9
Ejemplo 4	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	10%	3-mercaptopropilmetil-dimetoxisilano	1%					120		0,82	0,42	0,72	9
Ejemplo 5	Fosfato de zinc	20%	N,N-dimetil-tanolamina	1%			Saponita	1%			120		0,80	0,39	0,73	9
Ejemplo 6	Fosfato de zinc	20%	N,N-dimetil-tanolamina	1%							120		--	0,45	0,76	9
Ejemplo 7	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	1%	3-mercaptopropilmetil-dimetoxisilano	1%					120		--	0,42	0,72	9
Ejemplo 8	Fosfato de zinc	20%	Dietanolamina	1%							120		--	0,42	0,73	9
Ejemplo 9	Fosfato de zinc	20%	Dietanolamina	1%							120		0,82	0,49	0,83	9
Ejemplo 10	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	1%	3-mercaptopropilmetil-dimetoxisilano	1%					120			0,50	0,84	9
Ejemplo 11	Fosfato de zinc	20%	Dietanolamina	1%							120			0,42	0,79	9
Ejemplo 12	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	1%	3-mercaptopropilmetil-dimetoxisilano	1%					60			0,47	0,76	9

Ejemplo 13	Fosfato de zinc	65%	Trietanolamina	3,3%						180	0,81	0,44	0,79	9
Ejemplo 14	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	0,2%						180	--	0,51	0,73	9
Ejemplo 15	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	0,10%				2%	Hectorita sintética	120	--	0,47	0,79	9
Ejemplo 16	Fosfato de zinc	20%	Metildietanolamina	1%						180	--	0,42	0,73	9
Ejemplo 17	Fosfato de zinc	20%	Metildietanolamina	1%						120	--	0,47	0,79	9
Ejemplo 18	Fosfato de zinc	20%	Metildietanolamina	1%						120	--	0,7	0,79	9
Ejemplo Comp.1	Fosfato de zinc	20%	Trietanolamina	1%	--	--	--	--		15	--	3,90	6,3	9
Ejemplo Comp.2	Fosfato de zinc	20%	Fosfato tribásico sódico	1%	--	--	--	--		180	--	2,30	4,6	9
Ejemplo Comp.3	Fosfato de zinc	20%	Poliálilamina	1%	--	--	--	--		180	--	5,60	18,6	9
Ejemplo Comp.4	Fosfato de zinc	20%	Amoniaco	1%	--	--	--	--		180	--	agregación	agregación	9
Ejemplo Comp.5	Fosfato de zinc	20%	--	--	--	--	--	--		360	1,58	0,59	1,15	9
Ejemplo Comp.6	Fosfato de zinc	20%	--	--	--	--	--	--		360	1,52	0,51	1,12	9
Ejemplo Comp.7	Fosfato de zinc	65%	--	--	--	--	--	--		180	--	agregación	agregación	9
Ejemplo Comp.8	Agente de acondicionamiento de superficies en polvo – 5N10 (0,1%) constitución inicial del baño													

Diámetro de partícula (1 hora): diámetro de partícula 1 hora después de iniciar la dispersión (µm). Diámetro de partícula (final): diámetro de partícula del líquido de dispersión condensado (µm)

Tabla 2

	Aspecto de la película				Aspecto de la película (transparencia) µm				Cantidad de adhesión (ng/m <sup>2</sup> )		Cantidad de película de revestimiento (mg/m <sup>2</sup> )				Resistencia a la corrosión SDT 480 horas	
	SPC	GA	AI (Partr. De corrosión electroflic a)	Placa de acero de alta resistencia	SPC	GA	AI (Parte. de corrosión electroflic a)	Placa de acero de alta tracción	SPC	AI	SPC	AI	GA	AI (Parte. De corrosión electroflic a)	SPC	Placa de acero de alta resistencia
Ejemplo 1	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 2	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	<1	12	11	1,5	2,3	--	1,6	0 mm	0 mm
Ejemplo 3	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 4	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	<1	17	14	1,5	2,2	--	1,7	0 mm	0 mm
Ejemplo 5	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 6	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 7	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	<1	13	16	1,5	2,3	--	1,6	0 mm	0 mm
Ejemplo 8	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 9	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 10	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 11	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Ejemplo 12	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	<1	15	14	1,6	2,4	--	1,7	0 mm	0 mm
Ejemplo 13	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	<1	13	13	1,6	2,4	1,5	1,6	--	--
Ejemplo	A	A	A	A	<1	Aprox. 1	2-5	--	--	--	--	--	--	--	--	--



Tabla 3

	Estabilidad temporal
Ejemplo 4	A
Ejemplo 6	A
Ejemplo 7	A
Ejemplo 11	A
Ejemplo 15	A
Ejemplo 184	A
Ejemplo comparativo 5	B
Ejemplo comparativo 8	C

5 Como se muestra en la Tabla 1, según el método de producción de la presente invención, se puede obtener una composición para acondicionamiento de superficies que incluye partículas de fosfato de zinc que tienen un diámetro de partícula especificado en un periodo de tiempo más corto que los métodos convencionales. También, como se muestra en el Ejemplo 13, a pesar de que la dispersión se realizó con un fosfato de zinc a una concentración alta de 65%, se pudo obtener una composición favorable para acondicionamiento de superficies. Por el contrario, en el Ejemplo Comparativo 7 en el que se realizó un experimento similar utilizando carboximetilcelulosa en lugar del compuesto de amina, la agregación de las partículas de fosfato de metal dio como resultado un fracaso en la obtención de una dispersión favorable, y por lo tanto no se pudo obtener una composición para acondicionamiento de superficies.

10 Además, como se muestra en la Tabla 2, cuando se usó la composición de acondicionamiento de superficies de la presente invención, se formó una película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de película de revestimiento en todas las placas de acero laminadas en frío, placas de aluminio, y placas galvanizadas, y además, se formó una película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento también en una parte de la placa de aluminio en la parte de contacto con los diferentes tipos de metales, es decir, la placa de aluminio y chapa galvanizada. En otras palabras, incluso aunque diferentes tipos de materiales de metales fueron sometidos simultáneamente al tratamiento, se pudo formar la película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente de la película de revestimiento.

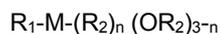
20 Por otra parte, como se muestra en la Tabla 3, la composición para acondicionamiento de superficies de la presente invención es excelente en cuanto a su estabilidad temporal. A pesar de que se utilizó el líquido de tratamiento para acondicionamiento de superficies 30 días después de su preparación, la película de revestimiento de conversión pudo ser favorablemente formada.

#### **Aplicabilidad industrial**

25 La composición para acondicionamiento de superficies obtenida por el método para la producción de la presente invención se puede utilizar adecuadamente para una variedad de materiales de metales que se han empleado en carrocerías de automóviles, electrodomésticos, y similares.

## REIVINDICACIONES

1. Una composición para acondicionamiento de superficies que comprende partículas de fosfato de un metal divalente o trivalente y que tiene un pH de 3 a 12, en donde el D<sub>50</sub> de las partículas de fosfato de metal divalente o trivalente es de 3 µm o menos, y la composición para acondicionamiento de superficies comprende un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos, dicha composición contiene además un alcóxido de metal representado por la fórmula general siguiente:



en donde M representa silicio, titanio o aluminio

- R<sub>1</sub> representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y que está o no está sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alqueno que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo con de 1 a 5 átomos de carbono;

R<sub>2</sub> representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2.

2. Una composición para acondicionamiento de superficies según la reivindicación 1, en donde la partícula de fosfato de metal divalente o trivalente es de fosfato de zinc.

3. Una composición para acondicionamiento de superficies según la reivindicación 1 o 2, en donde el compuesto de amina es un compuesto de hidroxilamina que tiene al menos un grupo hidroxilo por molécula.

4. Una composición para acondicionamiento de superficies según la reivindicación 1, 2 o 3, que además comprende un mineral de arcilla en capas.

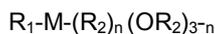
5. Una composición para acondicionamiento de superficies según la reivindicación 1, 2, 3 o 4, que comprende además un agente quelante.

6. Una composición para acondicionamiento de superficies según la reivindicación 1, 2, 3, 4 o 5, que comprende además un compuesto fenólico.

7. Un método para la producción de una composición para acondicionamiento de superficies que comprende someter una materia prima de un fosfato de metal divalente o trivalente a pulverización húmeda en un medio de dispersión en presencia de:

un compuesto de amina que tiene un peso molecular de 1000 o menos, y que está en la forma de amina libre, y

al menos un alcóxido de metal representado por la fórmula general siguiente:



en donde M representa silicio, titanio o aluminio

- R<sub>1</sub> representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y que está o no está sustituido con un grupo orgánico, un grupo epoxialquilo que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo arilo, un grupo alqueno que tiene de 1 a 11 átomos de carbono, un grupo aminoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo mercaptoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, o un grupo halógenoalquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono;

R<sub>2</sub> representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; y n es 0, 1, o 2.

8. Un método para acondicionamiento de superficies que comprende una etapa de poner una composición para acondicionamiento de superficies según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6 en contacto con una superficie de material de metal.

FIG. 1

