

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 945**

51 Int. Cl.:

C23C 22/78 (2006.01)

C09D 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.04.2007 PCT/JP2007/058221**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.10.2007 WO07117044**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.04.2007 E 07741657 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 2007921**

54 Título: **Método para producir una composición de acondicionamiento superficial y método para acondicionar superficies**

30 Prioridad:

07.04.2006 JP 2006106387

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

30.10.2017

73 Titular/es:

**CHEMETALL GMBH (100.0%)
Trakehner Strasse 3
60487 Frankfurt, DE**

72 Inventor/es:

**INBE, TOSHIO;
WADA, YUSUKE y
FUTSUHARA, MASANOBU**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 639 945 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

Método para producir una composición de acondicionamiento superficial y método para acondicionar superficies

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una composición de acondicionamiento superficial y a un método para su producción, así como a un método de acondicionamiento de superficies.

Antecedentes en la técnica

10 Las carrocerías de los automóviles, los electrodomésticos y similares se fabrican con materiales metálicos, tales como chapas de acero, chapas de acero galvanizado y aleaciones de aluminio. Por lo general, después de someterlos a una etapa de tratamiento de conversión química como pretratamiento, se lleva a cabo un tratamiento, como por ejemplo, revestimiento. Como tratamiento de conversión química, generalmente, se lleva a cabo un tratamiento con fosfato. En el tratamiento de conversión química con fosfato, generalmente, se lleva a cabo un tratamiento de acondicionamiento superficial como pretratamiento que permite el depósito de cristales finos y compactos de fosfato sobre la superficie del material metálico.

15 Entre los ejemplos de composiciones de acondicionamiento superficial conocidas para su uso en dicho tratamiento de acondicionamiento superficial se incluyen líquidos de tratamiento que contienen partículas de fosfato de titanio, conocidas como sal de Jernstedt, o partículas de fosfato de metal bivalente o trivalente.

20 Por ejemplo, se ha divulgado una composición de acondicionamiento superficial que incluye partículas de fosfato de al menos un tipo de metales bivalentes o trivalentes que tienen un diámetro de partícula de 5 µm o menos, y una sal de metal alcalino o una sal de amonio, o una mezcla de los mismos, y que tiene un pH ajustado entre 4 y 13 (por ejemplo, véase Documento de patente 1).

Asimismo, se ha divulgado una composición de acondicionamiento superficial que incluye al menos un tipo de partículas de fosfato seleccionadas entre partículas de fosfato que incluyen uno o más tipos de metales bivalentes y/o trivalentes y diversos aceleradores (por ejemplo, véase Documento de Patente 2).

[Documento de Patente 1] Solicitud de patente sin examinar japonesa, primera publicación No. Hei 10-245685.

25 [Documento de Patente 2] Solicitud de patente sin examinar japonesa, primera publicación No. 2000-096256.

En la patente europea EP 1 566 466 A1 se describe un acondicionador superficial que contiene partículas finas de fosfato de zinc en combinación con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en compuestos a base de copolímeros que contienen grupo carboxilato, poliaminoácidos y ésteres fosfato de determinadas fórmulas.

30 En la patente europea EP 1 378 586 A1 se describe un acondicionador superficial similar a base de partículas finas de fosfato de zinc. Dichas publicaciones no instruyen sobre el uso de ácido pirofosfórico para la preparación de las partículas de fosfato de zinc.

35 La patente japonesa JP 49-002005 B se refiere a una composición de pigmento para su adición a una composición de pintura. La composición de pigmento se obtiene poniendo en contacto de 1 a 20 % de sílice ultrafino y de 0,05 a 50 % de ácido fosfórico condensado, o una sal del mismo, en presencia de un compuesto de zinc, cuando se fabrica fosfato de zinc por reacción a partir del óxido o hidróxido o una sal de zinc, así como ácido fosfórico o una sal del mismo.

Divulgación de la invención

Problemas que se resuelven con la invención

40 No obstante, en consonancia con el desarrollo de nuevos materiales y la simplificación de las etapas de tratamiento en los últimos años, se puede dar el caso de que no se aborden de forma satisfactoria dichos líquidos de tratamiento para acondicionamiento superficial. Así pues, existe la demanda de mayores mejoras del comportamiento de la composición de acondicionamiento superficial y la mejora de las propiedades físicas de la película de revestimiento-tratamiento de conversión química obtenida a través del tratamiento de conversión química con ella.

45 Por ejemplo, las chapas de acero con alta resistencia a la tracción y similares son materiales metálicos resistencias a la conversión conocidos, y resulta difícil obtener a partir de ellos una película de recubrimiento de conversión que tenga una resistencia a la corrosión excelente a través de un tratamiento de conversión química convencional.

Además, cuando se someten al tratamiento de conversión química varios tipos de materiales metálicos diferentes a la vez, la capacidad de conversión química se deteriora significativamente en torno a la porción en la que están en contacto. Por otra parte, dado que, recientemente, se ha elevado el nivel de resistencia a la corrosión exigido, es deseable la formación de una película de revestimiento de cristal fosfato más densa.

- 5 Por otra parte, hasta la fecha, al preparar las partículas finas de fosfato de zinc, se pulverizaba fosfato de zinc utilizando por lo general un dispersante polimérico polar, de manera que se necesitaba un sustancial período de tiempo para efectuar la pulverización. Además, aunque la película de revestimiento de conversión resultante es más densa que la película de revestimiento de conversión obtenida con un agente de acondicionamiento superficial que incluye partículas de fosfato de titanio, conocida como sal de Jernstedt, surgen problemas en cuanto a la falta de uniformidad de la película de recubrimiento de conversión y la susceptibilidad a generar herrumbre.

La presente invención se ha realizado teniendo en cuenta la situación actual, tal como se ha mencionado, y un objeto de la invención es proporcionar una composición de acondicionamiento superficial que tiene una función de acondicionamiento superficial que es incluso superior a la de las composiciones de acondicionamiento superficial.

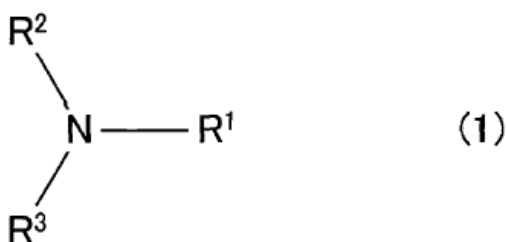
Medios para resolver el problema

- 15 Los autores de la presente invención han investigado de forma exhaustiva los problemas mencionados para encontrar una solución. En consecuencia, se ha llegado a la conclusión de que es posible resolver dichos problemas con una composición de acondicionamiento superficial que contiene partículas finas de fosfato de zinc casi esféricas producidas mezclando partículas de un compuesto de zinc y ácido pirofosfórico en una relación determinada, en una solución acuosa ácida para dar paso a la reacción, y la dispersión y la estabilización con un medio de dispersión. Por consiguiente, se ha completado la presente invención. Más específicamente, ciertos aspectos de la presente invención consisten en proporcionar lo siguiente.

(0010a) La invención se define en la reivindicación 1 con un método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato que comprende las etapas de:

- 25 mezclado de al menos un tipo de compuesto de zinc en partículas seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico con ácido pirofosfórico, dando paso a la reacción en una solución acuosa ácida que tiene un pH por debajo de 7 para producir una partícula de fosfato de zinc casi esférica con un diámetro de partícula medio de 0,05 μm a 3 μm ;

- 30 en el que las partículas de fosfato de zinc se obtienen por dispersión y estabilización en presencia de un compuesto de amina representado por la siguiente fórmula (1):



- 35 en la que R^1 , R^2 y R^3 representan cada uno de ellos independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, o un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono que tiene un grupo funcional hidrófilo en su esqueleto, de manera que R^1 , R^2 y R^3 no son todos ellos un átomo de hidrógeno, sin embargo; y

dispersión y estabilización de las partículas resultantes con un medio de dispersión, teniendo la composición de acondicionamiento superficial un pH de 3 a 12. En las reivindicaciones 2 a 9 se definen realizaciones preferentes. En reivindicación 10, se define un método para el uso de la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9.

- 40 (0010b) La invención se refiere además a un método de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie metálica antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato que comprende una etapa de:

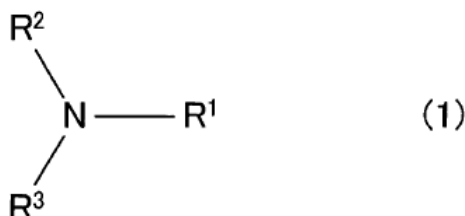
contacto de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 con la superficie de metal.

En un primer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato, en el que la composición de acondicionamiento superficial tiene un pH de 3 a 12, e incluye partículas de fosfato de zinc casi esféricas que tienen un diámetro de partícula medio de 0,05 µm a 3 µm y en el que las partículas de fosfato de zinc se producen por mezclado de al menos un tipo de compuesto de zinc en partículas seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico con ácido pirofosfórico para dar paso a su reacción en una solución acuosa ácida que tiene un pH por debajo de 7 y la dispersión y estabilización con un medio de dispersión.

En un segundo aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el primer aspecto incluye además al menos uno de los compuestos de zinc en partículas y el ácido pirofosfórico que queda como material sin reaccionar en la reacción que produce las partículas de fosfato de zinc.

En un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el primer y el segundo aspecto en la que el ácido fosfórico condensado es ácido pirofosfórico.

En un cuarto aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a tercero en la que las partículas de fosfato de zinc se obtienen por dispersión y estabilización en presencia de un compuesto amina representado por la siguiente fórmula general (1):



en la que, R¹, R² y R³ representan cada uno de ellos independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono o un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono y que tiene un grupo funcional hidrófilo en su esqueleto. Sin embargo, R¹, R² y R³ no son todos ellos un átomo de hidrógeno.

En un quinto aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el primer al cuarto aspecto en el que el grupo funcional hidrófilo es un grupo hidroxilo

En un sexto aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el cuarto o el quinto aspecto en la que el compuesto amina es alcohol amina terciaria.

En un séptimo aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a sexto incluye además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido orgánico aromático, un compuesto fenólico y una resina fenólica.

En un octavo aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a séptimo incluye además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de arcilla, partículas finas de un óxido y un agente espesante hidrosoluble.

En un noveno aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a octavo incluye además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una resina con contenido en grupo carboxilo hidrosoluble, un sacárido y un compuesto de ácido fosfónico.

En un décimo aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a noveno incluye además un agente quelante y/o un tensioactivo.

En un undécimo aspecto de la presente invención, una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a décimo incluye además un ion complejo de zirconio y/o un ion metálico oxidado.

En un duodécimo aspecto de la presente invención, se proporciona un método de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato, en el que dicho método incluye una etapa de contacto de una composición de

acondicionamiento superficial de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos primero a undécimo con la superficie de metal.

En un trigésimo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato, en el que dicho método incluye la etapa de mezclado de la menos un tipo de compuesto de zinc en partículas seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico con ácido pirofosfórico, dando paso a la reacción en una solución acuosa ácida que tiene un pH por debajo de 7, en virtud de lo cual se producen partículas casi esféricas de fosfato de zinc que tienen un diámetro de partícula medio de 0,05 μm a 3 μm , y la dispersión y la estabilización con un medio de dispersión.

Efecto de la invención

De acuerdo con la presente invención, se puede proporcionar una composición de acondicionamiento superficial que cumple una función de acondicionamiento superficial de forma incluso superior a la composición de acondicionamiento superficial convencional.

Breve descripción de los dibujos

Fig. 1 presenta una Imagen MEB de las partículas de fosfato de zinc de la presente realización;

Fig. 2 presenta una Imagen MEB de partículas de fosfato de zinc convencionales;

Fig. 3 presenta un espectro de difracción de rayos X de acuerdo con el Ejemplo 2;

Fig. 4 presenta un espectro de difracción de rayos X de acuerdo con el Ejemplo 3;

Fig. 5 presenta un espectro de difracción de rayos X de acuerdo con el Ejemplo 4;

Fig. 6 presenta una fotografía tomada con un microscopio electrónico de la película de revestimiento de conversión química formada sobre la chapa de acero laminada en frío empleando la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con Ejemplo 6;

Fig. 7 presenta una fotografía tomada con un microscopio electrónico de la película de revestimiento de conversión química formada sobre una chapa de acero galvanizada, empleando la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la Ejemplo 6;

Fig. 8 presenta un espectro de difracción de rayos X de acuerdo con el Ejemplo comparativo 5;

Fig. 9 presenta una fotografía tomada con un microscopio electrónico de la película de revestimiento de conversión química formada sobre la chapa de acero laminada en frío empleando la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el Ejemplo comparativo 5; y

Fig. 10 presenta una fotografía tomada con un microscopio electrónico de la película de revestimiento de conversión química formada sobre la chapa de acero galvanizada, empleando la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con el Ejemplo comparativo 5.

Modo preferente de realización de la invención

A continuación, se explican en detalle las realizaciones de la presente invención.

Composición de acondicionamiento superficial

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización es para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato y se caracteriza por incluir partículas de fosfato de zinc casi esféricas que han sido dispersadas y estabilizadas. La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización se diluye de forma arbitraria con agua para dar un líquido de tratamiento de acondicionamiento superficial (baño de tratamiento), que se utiliza en el acondicionamiento una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato.

pH

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización tiene un pH de 3 a 12 y preferentemente, de 7 a 11. Cuando el pH de la composición de acondicionamiento superficial es superior a 12, el zinc puede disolverse y provocar el deterioro de la función de acondicionamiento superficial, mientras que, asimismo, cuando el pH está por debajo de 3, la función de acondicionamiento superficial puede deteriorarse. Por otra parte, para ajustar el pH, se pueden emplear NaOH u otros compuestos utilizados normalmente para ajustar el pH dentro del intervalo mencionado. Es decir, es aceptable un pH dentro del intervalo en el que el zinc es insoluble. Aunque se puede conseguir un comportamiento favorable cuando el pH es aproximadamente 12, se requiere una cantidad de álcali enormemente grande. Cuando el pH es inferior a 7, la chapa de hierro se puede oxidar y las fuerzas repulsivas entre las partículas pueden dañarse, de modo que se deterioren la estabilidad y las propiedades de conversión química. Por consiguiente, el pH es preferentemente de 7 a 11.

Partículas de fosfato de zinc

Las partículas de fosfato de zinc incluidas en la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización pueden ser partículas finas que tienen un diámetro de partícula medio de 0,05 μm a 3 μm . Por otra parte, su forma es sustancialmente esférica y uniforme (se muestra en la Fig. 1). De acuerdo con la composición de acondicionamiento superficial convencional, cuando las partículas de fosfato de zinc son finas, con un diámetro de partícula medio de tan solo 0,05 μm a 3 μm , era necesario utilizar una sal de metal alcalino, partículas finas con carga negativa de un óxido y un dispersante especial, como por ejemplo un polímero orgánico hidrosoluble, para evitar la agregación, la sedimentación y similares; sin embargo, dicho dispersante no es esencial en la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización. Por tanto, es posible la estabilización de la dispersión sin utilizar un dispersante, como por ejemplo un sacárido, un ácido fosfónico orgánico, acetato de vinilo, poliácido acrílico y similar. No obstante, el uso de dicho dispersante no está excluido, sino que se puede utilizar también un dispersante. Aunque es de preferencia el uso de dicho dispersante con vistas a mejorar aún más la dispersabilidad de las partículas de fosfato de zinc, dicho dispersante puede reducir la resistencia a la corrosión cuando se incorpora en una película de revestimiento. Así pues, preferentemente, no se utiliza dispersante o se utiliza en una reducida cantidad cuando ha de utilizarse.

Más específicamente, dado que las partículas de fosfato de zinc utilizadas en la presente realización tienen una forma sustancialmente esférica, no es necesario el uso de un dispersante como se ha descrito. Es decir, las partículas de fosfato de zinc incluidas en las composiciones de acondicionamiento superficial convencionales tienen una forma no uniforme ya que se generan pulverizando finamente fosfato de zinc disponible en el mercado (se muestra en la Fig. 2); en cambio, dado que las partículas del fosfato de zinc de la presente realización tienen una forma sustancialmente esférica y uniforme, las fuerzas repulsivas entre las partículas de fosfato de zinc que están presentes en la composición de acondicionamiento superficial actúan eficazmente con el resultado de una dispersión estable aunque las partículas sean finas. Por lo tanto, la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización puede evitar la agregación y la sedimentación sin el uso de un dispersante especial, tal como se ha descrito.

Tal como se ha mencionado, las partículas de fosfato de zinc utilizadas en la presente realización tienen un diámetro de partícula medio de 0,05 μm a 3 μm y, preferentemente, de 0,1 μm a 0,5 μm . Cuando el diámetro de partícula medio del fosfato de zinc es menos de 0,05 μm , es necesario un método de dispersión de partículas y además posiblemente se necesite un período de tiempo prolongado para la dispersión. No obstante, es menos probable que se alteren las propiedades de conversión química, ni tampoco la estabilidad. En cambio cuando las partículas de fosfato de zinc tienen un diámetro de partículas superior a 3 μm , no se puede formar una película de revestimiento de cristal de fosfato de zinc densa. La expresión "estabilidad de dispersión" a la que se hace referencia en el presente documento indica que las partículas dispersadas no se agregan ni se sedimentan, incluso aunque se almacenen durante un período de tiempo predeterminado.

Las partículas de fosfato de zinc de la presente realización que tienen un diámetro de partícula reducido y que tienen una forma sustancialmente uniforme esférica se pueden obtener produciendo fosfato de zinc en una solución acuosa ácida, acompañado de la dispersión y la estabilización con un medio de dispersión. Específicamente, se pueden obtener partículas finas de fosfato de zinc sustancialmente uniformes esféricas mezclando un compuesto de zinc en partículas con ácido pirofosfórico en una relación específica, en una solución acuosa ácida para dar paso a la reacción, y la dispersión y la estabilización de la misma.

El medio de dispersión que se puede utilizar en la presente realización no está limitado en particular, sino que se pueden emplear medios de dispersión conocidos convencionalmente. Entre los ejemplos específicos de medios se incluyen molinos de bolas, como los de tipo disco y los de tipo pasador, homogeneizadoras de alta presión, máquinas de dispersión ultrasónica y similares.

Como compuesto de zinc en partículas utilizado para producir las partículas de fosfato de zinc de la presente realización puede emplearse al menos uno seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico. Estos compuestos de zinc en partículas se disuelven en la solución acuosa ácida y reaccionan con ácido pirofosfórico para producir partículas de fosfato de zinc, que se dispersan y se estabilizan con

un medio de dispersión.

La solución acuosa ácida tiene un pH por debajo de 7 y, preferentemente, de 0,5 a 3. Cuando el pH es 7 o más alto, no se disuelve el compuesto de zinc en partículas, lo que supone que la reacción deje de avanzar y que no se produzcan las partículas de fosfato de zinc. Por consiguiente, no se puede obtener la composición de

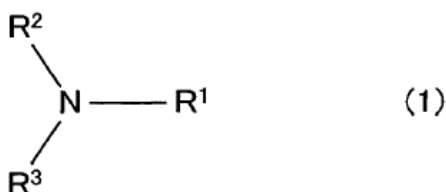
Se cree que el ácido pirofosfórico se coordina fácilmente con el fosfato de zinc en partículas en lo que se refiere a la estructura química, en comparación con el ácido fosfórico; sin embargo, cuando el grado de condensación es demasiado alto, no es posible esperar una mejora de la estabilidad de la dispersión, por el contrario, ya que se coordina con dificultad. Por lo tanto, el ácido pirofosfórico es un ácido fosfórico condensado que tiene un bajo grado de condensación y su uso es particularmente preferente. Cuando se utiliza ácido pirofosfórico, se consigue una estabilidad de dispersión superior que cuando se utiliza ácido fosfórico. Se especula que esto se debe al hecho de que el ácido pirofosfórico tiene un efecto quelante que captura componentes de endurecimiento, tales como iones de magnesio e iones de calcio en agua corriente. Por lo tanto, cuando se utiliza ácido pirofosfórico, también se puede evitar la agregación y sedimentación de las partículas de fosfato de zinc en caso de que los componentes de endurecimiento del agua corriente contaminen la composición de acondicionamiento superficial.

En lo que se refiere a la relación de la mezcla entre el compuesto de zinc en partículas y el ácido pirofosfórico, preferentemente la relación en masa del elemento zinc/elemento fósforo entre dentro del intervalo de 0,3 a 30. Cuando esta relación en masa es menos de 0,3, el exceso de ácido fosfórico puede reducir la eficacia de dispersión. Por otra parte, cuando la relación en masa es superior a 30, no se forman las partículas finas de fosfato de zinc sustancialmente esféricas deseadas. La relación en masa es preferentemente de 1 a 10.

En la reacción para producir las partículas de fosfato de zinc que se ha descrito, al menos uno entre el compuesto de zinc en partículas y el ácido pirofosfórico permanece como material sin reaccionar dependiendo de la relación en masa del elemento zinc/elemento fósforo. Puede incluirse en la composición de acondicionamiento superficial de la presente realización, al menos uno entre el compuesto de zinc en partículas y el ácido pirofosfórico que permanezca como material sin reaccionar.

Compuesto amina (a)

Las partículas de fosfato de zinc de la presente realización se dispersan y se estabilizan en presencia del compuesto amina (a) representado por la siguiente fórmula general (1). La estabilidad de dispersión de las partículas de fosfato de zinc se puede mejorar y se puede formar una película de fosfato de zinc más densa utilizando dicho compuesto amina (a).



en la que R^1 , R^2 y R^3 representan cada uno de ellos independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, o un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono y que tiene un grupo funcional hidrófilo en su esqueleto; no obstante, R^1 , R^2 y R^3 no son todos ellos un átomo de hidrógeno.

Aunque no está claro el mecanismo por el cual el compuesto amina (a) que tiene la estructura descrita proporciona propiedades de dispersión favorables, se especula que se derivan de su estructura química. Concretamente, el compuesto amina (a) descrito tiene un átomo de nitrógeno que incluye un par de electrones y tiene un peso molecular bajo; por lo tanto, se especula que el átomo de nitrógeno se coordina en la superficie de las partículas de fosfato de zinc, potenciando así la estabilidad de la dispersión. Cuando el compuesto amina (a) tiene grupos funcionales hidrófilos en su esqueleto, se potencia aún más la estabilidad de dispersión.

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización supone la ventaja de poderse almacenar durante un período de tiempo prolongado, incluso en estado de un líquido concentrado, ya que las partículas de fosfato de zinc presentan una alta estabilidad de dispersión. La estabilidad del líquido de tratamiento de acondicionamiento superficial (baño de tratamiento) obtenido al diluir la composición de acondicionamiento superficial también es favorable. Asimismo, es superior al conseguir el efecto de proporcionar unas propiedades de conversión química favorables en la reacción de conversión química y, por lo tanto, se puede formar una película de revestimiento de conversión en una cantidad suficiente, incluso en el caso en que se aplique

a materiales metálicos resistentes a la conversión como chapas de acero con alta resistencia a la tracción y similares.

El compuesto de amina (a) mencionado no está limitado en particular, siempre y cuando sea un compuesto amina representado por la fórmula general (1) anterior. El grupo funcional hidrófilo en la fórmula general (1) no está limitado en particular, sino que puede ser por ejemplo un grupo hidroxilo, grupo carboxilo, grupo ácido sulfónico, grupo amino y similares. Entre ellos, es preferente un grupo hidroxilo y con particular preferencia se utiliza una amina terciaria.

Entre los ejemplos concretos del compuesto amina (a) se incluyen trietilamina, etilendiamina, 2-etildiamina, tri-n-butilamina, n-propilamina, trietilentetramina, hidrazina, taurina, dihidrazida ácido adípico y similares, así como ácidos aminocarboxílicos como NTA (ácido nitrilo triacético), DTPA (ácido dietilen triamina pentaacético), EDTA (ácido etilen diamine tetraacético), HIDA (ácido hidroxietil imino diacético), DHEG (dihidroxietil glicina) y similares.

Además, entre los ejemplos de compuestos amina que tiene un grupo hidroxilo para su uso preferente en particular se incluyen por ejemplo, compuestos de hidroxiamina alifáticos como monoetanolamina, dietanolamina, dimetiletanolamina, metildietanolamina, trietanolamina, triisopropanolamina y aminoetiletanolamina; compuestos amina aromáticos como resol modificado con amina y novolak modificado con amina y similares. Estos compuestos amina se pueden utilizar en solitario, o se pueden utilizar dos o más en combinación. Entre ellos, teniendo en cuenta su excelente capacidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc, la dificultad de agregación secundaria y la excelente estabilidad de dispersión en líquidos, los compuestos de hidroxiamina alifáticos son preferentes, siendo más preferentes dietanolamina, dimetiletanolamina y trietanolamina.

En lo que respecta al contenido del compuesto amina (a), preferentemente, el límite inferior es 0,01 % en masa y el límite superior es 1000 % en masa sobre la base de la masa del fosfato de zinc en partículas. Cuando el contenido es menos de 0,01 % en masa, no es de esperar una mayor potenciación de la estabilidad de dispersión, ya que la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc pasa a ser insuficiente, ni tampoco cabe esperar una mejora adicional de la función de acondicionamiento superficial. Un contenido por encima de 1000 % en masa no es económico, ya que no se consigue ningún efecto más allá del efecto deseado. El límite inferior es más preferentemente 0,1 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 100 % en masa.

En lo que respecta a la cantidad de adición del compuesto amina (a), preferentemente, el límite inferior es 0,1 % en masa y el límite superior es 50 % en masa en el líquido concentrado. Cuando la cantidad es menos de 0,1 % en masa, la estabilidad de dispersión no se puede potenciar satisfactoriamente. Cuando la cantidad es más de 50 % en masa, se puede deteriorar la capacidad de dispersión debido a la influencia del exceso de aditivo y no sería económico, incluso aunque la dispersión fuera satisfactoria. El límite inferior es más preferentemente 0,5 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 20 % en masa.

Con respecto al contenido del compuesto amina (a), preferentemente, el límite inferior es 1 ppm y el límite superior es 10000 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido es menos de 1 ppm, la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc puede ser insuficiente, de manera que es probable que tenga lugar una agregación secundaria. Un contenido por encima de 10000 ppm no es económico ya que no se puede conseguir ningún efecto más allá del deseado. El límite inferior es más preferentemente 10 ppm, mientras que el límite superior es más preferentemente 5000 ppm.

Compuesto (b): Ácido orgánico aromático, compuesto fenólico, resina fenólica.

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización preferentemente contiene al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido orgánico aromático, un compuesto fenólico y una resina fenólica. Dicho compuesto (b) tiene el efecto de permitir que las partículas de fosfato de zinc se dispersen y se establezcan de manera similar al compuesto amina (a) antes descrito. Asimismo, tiene una propiedad que es particularmente superior como agente de acondicionamiento superficial en el tratamiento de conversión química de sustratos a base de aluminio. Más específicamente, aunque los agentes de acondicionamiento superficial convencionales que contienen fosfato de zinc en partículas no consiguen un efecto suficiente en el tratamiento del sustrato a base de aluminio, el agente de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización puede formar una película de revestimiento de conversión favorable.

Esto puede suceder por las siguientes razones. Cuando se forma una película de revestimiento pasiva constituida por un compuesto representado por la fórmula general: $Al(OH)_x$ sobre la superficie de sustratos a base de aluminio en general, la función de acondicionamiento superficial suele deteriorarse notablemente cuando se lleva a cabo el acondicionamiento superficial utilizando la composición de acondicionamiento superficial. Se especula que se debe a que la película de revestimiento pasivo de dicha capa de hidróxido de aluminio o similar evita la reacción.

En cambio, dado que el compuesto (b) mencionado es un compuesto que tiene una alta afinidad para el metal de

aluminio, se especula que el uso del compuesto (b) permite que las partículas de fosfato de zinc se adhieran establemente a la superficie del sustrato y mejore así la función de acondicionamiento superficial. Por otra parte, dado que el compuesto (b) tiene una función quelante de los componentes catiónicos de agua corriente, se puede mantener la estabilidad dependiente del tiempo del baño de tratamiento.

- 5 El ácido orgánico aromático no está limitado en particular, si bien se utilizan preferentemente ácido benzoico, ácido salicílico, ácido gálico, ácido lignosulfónico y ácido tánico. Entre ellos, se utilizan con particular preferencia ácido gálico, ácido lignosulfónico y ácido tánico.

10 El compuesto fenólico no está limitado en particular siempre y cuando sea un grupo que tenga un grupo hidroxilo fenólico. Por ejemplo, se utilizan preferentemente fenol, catecol, pirogalol, catequina y flavonoide. Entre ellos se utiliza con particular preferencia catequina.

Los flavonoides que se han mencionado no están limitados en particular y entre sus ejemplos se incluyen flavona, isoflavona, flavonol, flavanona, flavanol, antocianidina, aurona, chalcona, galato de epigallocatequina, galocatequina, teaflavina, daidzina, genistina, ruina, miricitrina y similares.

- 15 Entre los ejemplos de resina fenólica se incluyen polímeros que tienen el ácido orgánico aromático y/o el compuesto fenólico como esqueleto básico (por ejemplo, compuestos polifenólicos que incluyen tanino, catequina y similares, polivinil fenol, así como resinas insolubles resol, novolak y similares) y lignina y similares.

20 El tanino mencionado es el nombre genérico de compuestos aromáticos que tienen una complicada estructura que tiene muchos grupos hidroxilo fenólicos y que está muy extendido en el reino vegetal. El tanino puede ser tanino hidrolizado o tanino condensado. Entre los ejemplos de taninos se incluyen el tanino de hamamelis, el tanino del caqui, tanino del té, tanino del quejigo, tanino de roble, tanino de mirobálano, taninos de dividivi, tanino de algarrobilla, tanino de roble de valonia, tanino de catequina y similares. El tanino puede ser también tanino hidrolizado producido por descomposición a través de un proceso como pueda ser hidrólisis o similar del tanino presente en la planta. Asimismo, entre los ejemplos de taninos que se pueden utilizar se incluyen también los disponibles en el mercado, tales como "extracto A de ácido tánico", "ácido tánico B", "ácido tánico N", "ácido tánico industrial", "ácido tánico purificado", "ácido tánico Hi" "ácido tánico F" (todos ellos fabricados por Dainippon Pharmaceutical Co., Ltd.), "ácido tánico AL" (fabricado por Fuji Chemical Industry Co., Ltd.) y similares. Se pueden utilizar simultáneamente dos o más tipos de tanino. Como referencia, la lignina mencionada es un compuesto de polímero reticulado que implica un derivado de fenol al que se une un grupo propilo como unidad básica.

30 Con respecto al contenido total del compuesto (b), preferentemente el límite inferior es 0,01 % en masa y el límite superior es 1000 % en masa sobre la base de la masa del fosfato de zinc en partículas en el tratamiento de la superficie de material metálico. Cuando el contenido es menos de 0,01 % en masa, la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc se hace insuficiente; por tanto, el efecto de estabilización de la dispersión y el efecto de adsorción de las partículas de fosfato de zinc del material metálico no se puede anticipar y, por tanto, no se puede conseguir el efecto de acondicionamiento superficial. Un contenido superior a 1000 % en masa no es económico ya que no se puede conseguir ningún efecto más allá del efecto deseado. El límite inferior es más preferentemente 0,1 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 100 % en masa.

40 Con respecto a la cantidad total de compuesto (b) añadida, preferentemente el límite inferior es 0,1 % en masa y el límite superior es 50 % en masa en el líquido concentrado. Cuando la cantidad es menos de 0,1 % en masa, no se puede ejecutar la dispersión satisfactoriamente. Cuando la cantidad es superior a 50 % en masa, se puede deteriorar la dispersabilidad como consecuencia de la influencia del exceso de aditivo y no sería ventajoso desde el punto de vista económico, incluso aunque la dispersión fuera satisfactoria. El límite inferior es más preferentemente 0,5 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 20 % en masa.

45 Con respecto al contenido total del compuesto (b), preferentemente el límite inferior es 1 ppm y el límite superior es 10000 ppm en el líquido de tratamiento de acondicionamiento superficial (baño de tratamiento). Cuando el contenido es menos de 1 ppm, la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc puede ser insuficiente, de manera que es probable que tenga lugar la agregación secundaria. Un contenido superior a 10000 ppm no es económico ya que no se puede conseguir ningún efecto más allá del efecto deseado. El límite inferior es más preferentemente 10 ppm, mientras que el límite superior es más preferentemente 5000 ppm.

Compuesto (c): Compuesto de arcilla, partículas finas de óxido, agente espesante hidrosoluble

- 50 Preferentemente la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización contiene además al menos un compuesto (c) seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de arcilla, partículas finas de un óxido y un agente espesante hidrosoluble.

El compuesto (c) mejora en gran medida la propiedad de conversión química al añadirlo a la composición de

acondicionamiento superficial de la presente invención. Además, se especula que es el responsable de la estabilización a través de interacciones como la adsorción con las partículas de fosfato de zinc, en virtud de lo cual contribuye la estabilidad durante el almacenamiento en el estado líquido de la dispersión acuosa (líquido concentrado antes de su uso en el acondicionamiento superficial) durante un período de tiempo prolongado, la estabilidad del baño de tratamiento de acondicionamiento superficial y la estabilidad contra componentes de endurecimiento como iones de calcio, iones de magnesio y similar, derivados del agua corriente.

Por otra parte, se especula que las partículas de fosfato de zinc llegan a ser más resistentes a la sedimentación que cuando no se utiliza el compuesto (c) ya que se supone que el efecto espesante se deriva del compuesto (c) dado que el compuesto (c) interactúa con las partículas de fosfato de zinc. Por lo tanto, al incluir además el compuesto (c), se pueden formar cristales de una película de revestimiento de conversión más densa sobre la superficie de diversos materiales metálicos. En particular, con respecto a la chapa de acero laminada en frío y la chapa de acero galvanizada, es preferible con vistas a cubrir de forma uniforme y fina toda la superficie del material metálico.

El compuesto de arcilla mencionado no está limitado en particular y entre sus ejemplos se incluyen esmectitas como motmorilonita, beidelita, saponita y hectorita; caolinitas como caolinita y haloisita; vermiculitas, como vermiculita dioctahédrica y vermiculita trioctahédrica; micas como teniolita, mica tetrasilícica, muscovita, ilita, sericita, flogopita y biotita; hidrotalcita; pirofilolita; poliscatos laminares como canemita, macatita, ilerita, magadita y keniaita y similares. Estos compuestos de arcilla pueden ser un mineral de origen natural o un mineral sintético producido por síntesis hidrotérmica, un proceso de fundido, un proceso en fase sólida o similar.

Asimismo, preferentemente el diámetro de partícula medio del compuesto de arcilla en estado dispersado en el agua es 0,1 μm o menos. Cuando se emplea un compuesto de arcilla que tiene un diámetro de partícula medio en estado dispersado en agua superior a 0,1 μm , se puede deteriorar la estabilidad de dispersión. Por otra parte, la relación del aspecto medio (valor medio de tamaño máximo/ tamaño mínimo) del compuesto de arcilla es más preferentemente 10 o más y aún más preferentemente 20 o más. Cuando la relación de aspecto medio es menos de 10, se puede deteriora la estabilidad de dispersión. El diámetro de partícula medio en estado dispersado en agua que se ha mencionado se puede determinar por MET o MEB seguido de liofilización del líquido de dispersión acuosa. También en este caso se pueden utilizar dos o más de ellos simultáneamente.

Asimismo, se pueden utilizar compuestos de intercalación del compuesto de arcilla mencionado (cristales intercalados y similares), así como los que se someten a tratamiento de intercambio iónico o modificación superficial, como por ejemplo tratamiento de acoplamiento de silano, tratamiento de formación de material compuesto con un aglutinante orgánico o similares, según sea necesario. Estos compuestos de arcillas se pueden utilizar en solitario o combinando dos o más de ellos. Entre los ejemplos de productos disponibles en el mercado de la saponita se incluyen saponita sintética ("Sumecton SA", nombre comercial, fabricado por Kunimine Industries Co., Ltd.) y similares. Entre los ejemplos de productos disponibles en el mercado de la hectorita natural se incluyen "BENTON EW" y "BENTON AD" (ambos fabricados por ELEMENTIS plc) y similares. Entre los ejemplos de productos disponibles en el mercado de la hectorita sintética se incluyen los nombres comerciales "Laponite B, S, RD, RDS, XLG, XLS" fabricadas por ROOKWOOD Additives Ltd. y similares. Se presentan como un polvo blanco y forman fácilmente soles ("Laponite S, RDS, XLS") o geles ("Laponite B, RD, XLG") tras la adición de agua. Además, se puede mencionar como ejemplo "Lucentite SWN" de CO-OP Chemical Co., Ltd. Estas hectoritas naturales y hectoritas sintéticas se pueden utilizar en solitario o se pueden combinar dos o más de ellas.

Las partículas finas de óxido mencionadas no están limitadas en particular y entre sus ejemplos se incluyen partículas de sílice, partículas de alúmina, partículas de titanía, partículas de zirconia, partículas de óxido de niobio y similares. Las partículas de óxido tienen convenientemente un diámetro de partícula medio comprendido entre aproximadamente 1 nm y 300 nm. Se pueden utilizar en solitario o combinar dos o más de ellos. Entre ellos, teniendo en cuenta sus propiedades tixotrópicas, se utilizan preferentemente partículas de alúmina y un compuesto de ácido silícico.

El agente espesante hidrosoluble mencionado no está limitado en particular y entre sus ejemplos se incluyen dispersiones infladas de amida grasa, ácido graso a base de amida como acrilamida y agentes espesantes a base de poliamida, tales como fosfato de poliaminoamida de cadena larga, agentes espesantes a base de uretano y polióxido de etileno y similares. Entre ellos, teniendo en cuenta la baja probabilidad de inhibición de la conversión química, se utilizan preferentemente acrilamida, poliacido acrílico y copolímeros de ácido acrílico.

Con respecto al contenido del compuesto (c), preferentemente el límite inferior es 0,01 % en masa y el límite superior es 1000 % en masa sobre la base de la masa del fosfato de zinc en partículas. Cuando el contenido es menos de 0,01 % en masa, la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc se hace insuficiente, de manera que es posible que el efecto de adsorción de las partículas del material metálico no sea suficiente, lo que puede suponer la anticipación incorrecta del efecto de adición. Un contenido superior a 1000 % en masa no es económico ya que no se consigue ningún efecto más allá del efecto deseado. El límite inferior es más preferentemente 0,1 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 100 % en masa.

Con respecto a la cantidad del compuesto (c) añadida, preferentemente el límite inferior es 0,1 % en masa y el límite superior es 50 % en masa en el líquido concentrado. Cuando la cantidad es menos de 0,1 % en masa, es posible que la dispersión no sea satisfactoria. Cuando la cantidad es superior a 50 % en masa, se puede deteriorar la dispersabilidad como consecuencia de la influencia del exceso de aditivo y no sería económico desde el punto de vista económico incluso aunque la dispersión fuera satisfactoria. El límite inferior es más preferentemente 0,5 % en masa, mientras que el límite superior es más preferentemente 20 % en masa.

Con respecto al contenido del compuesto (c), preferentemente el límite inferior es 1 ppm y el límite superior es 1000 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido es menos de 1 ppm, la cantidad de adsorción de las partículas de fosfato de zinc puede ser insuficiente; por tanto, es posible que no se favorezca la adsorción y similares de las partículas de fosfato de zinc para la superficie de material metálico. Un contenido superior a 1000 ppm no es económico ya que no se consigue ningún efecto más allá del deseado. El límite inferior es más preferentemente 10 ppm, mientras que el límite superior es más preferentemente 500 ppm.

Preferentemente se incluyen todos los compuestos (a) a (c), tal como se han descrito, con vistas a una mayor estabilización de las partículas de fosfato de zinc en una solución acuosa, la adsorción de las partículas para la placa basal y la estabilidad en el líquido concentrado.

Asimismo, se pueden añadir a la composición de acondicionamiento superficial mencionada diversos componentes para su uso en la composición de acondicionamiento superficial además de los compuestos mencionados

Compuesto (d)

La composición de acondicionamiento superficial mencionada de acuerdo con la presente realización puede incluir además al menos un compuesto (d) seleccionado del grupo que consiste en una resina que contiene un grupo carboxilo hidrosoluble, un sacárido y un compuesto de ácido fosfónico.

El compuesto (d) suele tener carga negativa en solución y la adhesión o similar del mismo a la superficie de las partículas de fosfato de zinc puede tener como resultado la repulsión electromagnética. Se especula que se elimina la re-agregación de las partículas de fosfato de zinc como consecuencia, favoreciendo la adhesión sobre la superficie de material metálico del núcleo cristalino a una densidad uniforme y, por tanto, es posible que se forme una película de revestimiento de fosfato de una cantidad suficiente sobre la superficie del material metálico en el tratamiento de conversión química.

El compuesto (d) mencionado no solamente elimina la sedimentación de las partículas de fosfato de zinc en la composición de acondicionamiento superficial, sino que también elimina la sedimentación de las partículas de fosfato de zinc en el líquido de dispersión acuosa de las partículas de fosfato de zinc (líquido concentrado antes del uso en el acondicionamiento superficial). Por consiguiente, se puede mantener la estabilidad en almacenamiento del líquido concentrado a largo plazo.

La resina con contenido en grupo carboxilo hidrosoluble no está limitada en particular siempre y cuando sea una resina hidrosoluble y entre los ejemplos de la misma se incluyen resinas obtenidas por polimerización de una composición de monómero que contiene un monómero etilénicamente insaturado con contenido en grupo carboxilo como ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico y similares. La resina con contenido en grupo carboxilo hidrosoluble es preferentemente una resina que se obtiene por polimerización de radicales de una composición de monómero etilénicamente insaturado y que tiene un índice de acidez de 10 a 500. Al utilizar dicha resina, se puede potenciar aún más la estabilidad de dispersión de las partículas de fosfato de zinc. La resina con contenido en grupo carboxilo hidrosoluble puede ser un producto disponible en el mercado; por ejemplo, "Aron A12SL" (fabricado por Toagosei Chemical Industry Co., Ltd.)

El sacárido mencionado no está particularmente limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen polisacáridos, derivados de polisacárido y sales de metal alcalino, como sales de sodio y sales de potasio de los mismos y similares. Entre los ejemplos de polisacárido se incluyen celulosa, metil celulosa, etil celulosa, metil etil celulosa, hemicelulosa, almidón, metil almidón, etil almidón, metil etil almidón, agar, carragenano, ácido algínico, ácido péctico, goma guar, goma de semilla de tamarindo, goma de algarrobo, manano de konjac, dextrano, goma xantana, pululano, goma de gelano, quitina, quitosano, sulfato de condroitina, heparina, ácido hialurónico y similares. Asimismo, entre los ejemplos de polisacárido se incluyen polisacáridos carboxilalquilados o hidroxialquilados descritos como carboximetil celulosa (CMC) e hidroxietil celulosa, ácido glicólico de almidón, derivados de agar, derivados de carragenano y similares.

Entre los ejemplos del compuesto de ácido fosfónico se incluyen ácido fosfónico y productos obtenidos por unión directa de un átomo de carbono con un átomo de fósforo, así como sales de amina o sales de amonio de los mismos, excluyendo ésteres de ácido fosfórico.

En la composición de acondicionamiento superficial tal como se ha descrito, el contenido del compuesto (d) es preferentemente de 0,01 % a 1000 % en masa por masa de las partículas de fosfato de zinc. Cuando el contenido es menos de 0,01 % en masa, el efecto de prevención de la sedimentación no es suficiente. Un contenido superior a 1000 % en masa no es económico ya que no se consigue ningún efecto más allá del efecto deseado. La concentración es más preferentemente de 0,1 % a 100 % en masa.

Asimismo, el contenido del compuesto (d) en el líquido concentrado es preferentemente de 0,1 % a 40 % en masa.

El contenido del compuesto (d) es preferentemente de 1 ppm a 1000 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido es menos de 1 ppm, es posible que no sea suficiente el efecto de prevención de la sedimentación. Un contenido superior a 1000 ppm no es económico ya que no se consigue ningún efecto más allá del efecto deseado. La concentración es más preferentemente de 10 ppm a 500 ppm.

Compuesto (e)

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización puede incluir además un compuesto (e) que es un agente quelante y/o un tensioactivo. Al incluir el compuesto (e), se puede impartir una estabilidad de dispersión superior y se pueden mejorar también las propiedades de estabilidad de dispersión. Más específicamente, incluso en el caso en el que componentes de endurecimiento como iones de magnesio, iones de calcio y similares en el agua corriente contaminen la composición de acondicionamiento superficial, se puede mantener la estabilidad del baño de tratamiento del acondicionamiento superficial sin agregación de las partículas de fosfato de zinc. Por consiguiente, el agente quelante mencionado indica un compuesto que tiene la capacidad de unirse con los iones de magnesio y los iones de calcio en una solución acuosa.

El agente quelante mencionado no está particularmente limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen ácido cítrico, ácido tartárico, EDTA, ácido glucónico, ácido succínico y ácido málico y compuestos y derivados de los mismos.

El contenido de agente quelante es preferentemente de 1 ppm a 10000 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido es menos de 1 ppm, los componentes de endurecimiento en el agua corriente no pueden quelarse suficientemente, de manera que los policationes metálicos como iones de calcio, que funcionan como componentes de endurecimiento, pueden causar la agregación de las partículas de fosfato de zinc. Un contenido superior a 10000 ppm no sirve para conseguir ningún efecto más allá del efecto deseado y las propiedades de conversión química se pueden deteriorar por la reacción con los ingredientes activos del líquido de conversión química. El contenido es más preferentemente de 10 ppm a 1000 ppm.

Como el tensioactivo mencionado, se puede utilizar más preferentemente un tensioactivo aniónico o un tensioactivo no iónico.

El tensioactivo no iónico mencionado no está particularmente limitado, si bien son preferentes los tensioactivos no iónicos que tienen un equilibrio hidrófilo-lipófilo (HLB) de al menos 6, y entre los ejemplos del mismo se incluyen éter de alquilpolioxietileno, éter de alquilpolioxialquileo, derivados de polioxietileno, copolímeros de bloque oxietileno-oxipropileno, ésteres de ácido graso de sorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitano, ésteres de ácido graso de polioxietileno sorbitol, ésteres de ácido graso de glicerina, ésteres de ácido graso de polioxietileno, polioxietileno alquilamina, alquilalcohol amida, nonilfenol, alquilnonilfenol, polioxialquileo glicol, óxido de alquilamina, acetileno diol, éter polioxietileno nonil fenilo, tensioactivos a base de silicio como silicona modificada con éter polioxietileno alquil fenilo, tensioactivos a base de flúor preparados por sustitución de al menos un átomo de hidrógeno en un grupo hidrófobo de un tensioactivo a base de hidrocarburo con un átomo de flúor y similares. Entre ellos, éter alquil polioxietileno y éter alquil polioxialquileo son particularmente preferentes con vistas a conseguir mejor el efecto ventajoso de la presente invención.

El tensioactivo aniónico mencionado no está particularmente limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen sales de ácido graso, sales de éster de ácido alquilsulfúrico, sales de éster de ácido alquil éter sulfúrico, alquilbencenosulfonato, alquilnaftalensulfonato, alquilsulfosuccinato, disulfonato de éter alquildifenilo, sulfonato de polibisfenol, fosfato de alquilo, sales de éster de ácido polioxietilalquil sulfúrico, sales de éster de ácido polioxietilalquilalilsulfúrico, sulfonato de alfa-olefina, sales de ácido metil taurina, poliasparanato, éter carboxilato, condensados de ácido naftalen sulfónico-formalina, ésteres de ácido alquil polioxietileno fosfórico, sales de éster de ácido alquil éter fosfórico y similares. Entre ellos, son preferentes las sales de éster de ácido alquil éter fosfórico con vistas a conseguir mejor el efecto ventajoso de la presente invención.

Con respecto al contenido del tensioactivo, preferentemente, el límite inferior es 3 ppm y el límite superior es 500 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido entra dentro de intervalo mencionado, se puede conseguir favorablemente el efecto de la presente invención. El límite inferior es más preferentemente 5 ppm, mientras que el límite superior es más preferentemente 300 ppm. El tensioactivo se puede

utilizar en solitario o se pueden combinar dos o más de los mismos.

Ion (f)

- 5 Preferentemente, la composición de acondicionamiento superficial contiene además un ion complejo de Zr y/o un metal iónico oxidado (f). El ion (f) puede utilizarse preferentemente con vistas a eliminar productos de segregación en la superficie de la placa basal. El ion metálico oxidado al que se hace referencia en el presente documento indica un ion metálico que tiene una valencia más alta en un metal que tiene diversas valencias. Entre los ejemplos concretos se incluyen iones metálicos oxidados de Fe, Mn, Co, Ni, Ce y similares.

- 10 La fuente del ion complejo de Zr no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen hidrofluoruro de zirconio y carbonato de zirconio amoniato; zirconio hidroxilado, oxicarbonato de zirconio, carbonato de zirconio básico, borato de zirconio, oxalato de zirconio, sulfato de zirconio, nitrato de zirconio, nitrato de zirconilo, cloruro de zirconio y similares; y compuestos de zirconio orgánicos tales como dilaurato de dibutil zirconio, dioctato de dibutilzirconio, naftenato de zirconio, octilato de zirconio, acetil acetonato de zirconio y similares. Entre ellos, se utilizan preferentemente hidrofluoruro de zirconio y nitrato de zirconilo con vistas a eliminar los productos de segregación en la superficie de la placa basal.

- 15 La fuente del ion metálico oxidado de Fe no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen sales férricas hidrosolubles como sulfato de hierro (III), nitrato de hierro (III) y perclorato de hierro (III); sales ferrosas hidrosolubles como sulfato de hierro (II) y nitrato de hierro (II) y similares. Entre ellas, preferentemente se utiliza nitrato férrico con vistas a la oxidación de la superficie de la placa basal.

- 20 La fuente del ion metálico oxidado de Mn no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen sales de ácido orgánico como acetato de manganeso, benzoato de manganeso, lactato de manganeso, formato de manganeso y tartrato de manganeso; productos halogenados como cloruro de manganeso y bromuro de manganeso; sales de ácido inorgánico como nitrato de manganeso, carbonato de manganeso, fosfato de manganeso, sulfato de manganeso y fosfato de manganeso, alcóxidos como metóxido de manganeso; acetil acetona manganeso (II), acetil acetona manganeso (III), dióxido de manganeso, óxido de manganeso y similares.
- 25 Entre ellos, se pueden utilizar preferentemente permanganato potásico con vistas a la oxidación de la superficie de la placa basal.

La fuente del ion metálico oxidado de Co no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen nitrato de cobalto, sulfato de cobalto y similares.

- 30 La fuente del ion metálico oxidado de Ni no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen carbonates como carbonato de níquel (II), carbonato de níquel (II) básico y carbonato de níquel (II) ácido; fosfatos como fosfato de níquel (II), pirofosfato de níquel; nitratos como nitrato de níquel (II) nitrato de níquel básico; sulfatos como sulfato de níquel (II); óxidos como óxido de níquel (II), tetraóxido de triníquel y óxido de níquel (III); acetatos como acetato de níquel (II) y acetato de níquel (III); oxalatos como oxalato de níquel (II); amidosulfato de níquel, acetilacetona níquel (II), hidróxido de níquel (II) y similares.

- 35 La fuente del ion metálico oxidado de Ce no está particularmente limitada y entre los ejemplos de la misma se incluyen nitrato de cerio, sulfato de cerio y similares.

- 40 Con respecto al contenido del ion (f), preferentemente, el límite inferior es 0,01 % en masa y el límite superior es 10 % en masa en el líquido concentrado. Cuando el contenido es menos de 0,01 % en masa, no se puede conseguir el efecto, mientras que un contenido superior a 10 % en masa puede tener como resultado la inestabilidad del líquido concentrado.

Con respecto al contenido del ion (f), preferentemente, el límite inferior es 0,1 ppm y el límite superior es 1000 ppm en el baño de tratamiento de acondicionamiento superficial. Cuando el contenido es menos de 0,1 ppm, no se puede conseguir el efecto, mientras que un contenido superior a 1000 ppm no servirá para conseguir efectos adicionales.

- 45 Se puede añadir asimismo un compuesto de nitrito de metal bivalente o trivalente a la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización según sea necesario para evitar todavía mejor la generación de herrumbre.

- 50 En la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización se puede mezclar además un alcóxido de metal, un agente deformante, un agente para prevenir la herrumbre, un agente antiséptico un agente espesante, un adyuvante de detergencia alcalino como silicato sódico y similares, en un intervalo que no inhiba el efecto de la presente invención, además de los componentes que se han descrito. Para compensar un desengrasado irregular, se pueden añadir diversos tensioactivos para mejorar la humectabilidad.

La composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización puede incluir también un disolvente de dispersión para permitir que se dispersen las partículas de fosfato de zinc. Entre los ejemplos del disolvente de dispersión se incluyen disolventes acuosos que contienen 80 % en masa o más de agua y diversos disolventes orgánicos hidrosolubles distintos a agua; sin embargo, preferentemente, el contenido del disolvente orgánico es lo más bajo posible, algo que puede representar preferentemente no más de 10 % en masa y más preferentemente no más de 5 % en masa. Se puede proporcionar un líquido de dispersión que no incluya ningún otro disolvente de dispersión más que agua.

El disolvente orgánico hidrosoluble no está particularmente limitado y entre los ejemplos del mismo se incluyen disolventes a base de alcohol como metanol, etanol, isopropanol y etilen glicol; disolventes a base de éter como éter de etilen glicol monopropílico, butil glicol y 1-metoxi-2-propanol; disolventes a base de cetona, como acetona y diacetona alcohol; disolventes a base de amida como dimetil acetamida y metil pirrolidona; disolventes a base de éster, como etil carbitol acetato y similares. Estos pueden utilizarse en solitario o se pueden combinar dos o más de ellos.

Se puede añadir además a la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización una sal alcalina como por ejemplo sosa calcinada para estabilizar las partículas de fosfato de zinc y formar una película de revestimiento de conversión fina en la etapa de tratamiento de conversión química con fosfato que se lleve a cabo posteriormente.

Método de acondicionamiento superficial

El método de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización se caracteriza por incluir la etapa de contacto de la composición de acondicionamiento superficial mencionada con una superficie de material metálico. Gracias a ello, se puede adherir una cantidad suficiente de partículas finas de fosfato de zinc a la superficie, no solamente de materiales metálicos a base de zinc y a base de hierro, sino también a materiales metálicos resistentes a la conversión, tales como aluminio y chapas de acero de alta resistencia a la tracción. Por consiguiente, se puede formar una película de revestimiento de conversión favorable en la etapa de tratamiento de conversión química.

El proceso para poner en contacto la composición de acondicionamiento superficial con la superficie del material metálico en el método de acondicionamiento superficial de acuerdo con la presente realización no está particularmente limitado, si bien se puede emplear libremente un método conocido convencionalmente como inmersión o pulverización.

El material metálico sometido al acondicionamiento superficial no está particularmente limitado, si bien se puede aplicar el proceso a diversos metales generalmente sometidos al tratamiento de conversión con fosfato, tales como chapas de acero galvanizadas, materiales metálicos a base de aluminio como aluminio y aleaciones de aluminio, aleaciones de magnesio y materiales metálicos a base de hierro, como chapas de acero laminadas en frío y chapas de acero con alta resistencia a la tracción. En particular, se puede aplicar convenientemente sobre chapas de acero laminadas en frío y chapas de acero con alta resistencia a la tracción.

Asimismo, al utilizar la composición de acondicionamiento superficial tal como se ha descrito, es posible llevar a cabo también una etapa de acondicionamiento superficial en combinación con desengrasado. Por consiguiente, es posible omitir la etapa de lavado con agua tras un tratamiento desengrasante. En la etapa de acondicionamiento superficial en combinación con el desengrasado mencionada, se puede añadir un adyuvante de detergencia alcalino inorgánico, un adyuvante de detergencia orgánico y similares para aumentar la detergencia. Además, se puede añadir un fosfato condensado conocido o similar. En el acondicionamiento superficial tal como se ha descrito, el tiempo de contacto de la composición de acondicionamiento superficial con la superficie del material metálico y la temperatura de la composición de acondicionamiento superficial no están limitados en particular, sino que el proceso se puede llevar a cabo en condiciones conocidas convencionalmente.

Después de llevar a cabo el acondicionamiento superficial, se realiza el tratamiento de conversión química con fosfato para permitir la producción de una lámina metálica tratada de conversión química con fosfato. El proceso para el tratamiento de conversión química con fosfato no está particularmente limitado, sino que se puede emplear cualquiera de los diversos procesos conocidos, tales como tratamiento por inmersión, tratamiento por pulverización o tratamiento electrolítico. Se pueden combinar múltiples tipos de dichos tratamientos. Además, en lo que respecta a la película de revestimiento de cristales de fosfato deposita sobre la superficie del material metálico, ésta no está particularmente limitada, siempre y cuando sea de un fosfato de metal, y entre los ejemplos de la misma se incluyen fosfato de zinc, fosfato de hierro, fosfato de manganeso, fosfato de calcio y similares, pero sin limitarse en modo alguno a ellos. En el tratamiento de conversión química con fosfato, el tiempo de contacto del agente de tratamiento de conversión química con la superficie del material metálica y la temperatura del agente de tratamiento de conversión química no están limitados en particular, sino que se pueden realizar en las condiciones conocidas convencionalmente.

Después de llevar a cabo el acondicionamiento superficial y el tratamiento de conversión química mencionados, se puede producir una lámina revestida realizando un revestimiento posterior. En general, se emplea como proceso de revestimiento un revestimiento de electrodeposición. La pintura para su uso en el revestimiento no está limitada en particular, sino que pueden emplearse los diversos tipos utilizados generalmente en el revestimiento de chapa metálica tratada por conversión química con fosfato y entre los ejemplos de la misma se incluyen pinturas de melamina epoxi, así como una combinación de pintura de revestimiento por electrodeposición catiónica, pinturas de revestimiento intermedias a base de poliéster y pinturas de revestimiento superior a base de poliéster y similares. Tras el tratamiento de conversión química y antes del revestimiento, se puede emplear un proceso conocido, como por ejemplo, una etapa de lavado.

10 Método para la producción de composición de acondicionamiento superficial

El método para la producción de la composición de acondicionamiento superficial mencionada se caracteriza por incluir una etapa de mezclado de al menos un tipo de compuesto de zinc en partículas seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico con ácido pirofosfórico para dar paso a su reacción en una solución acuosa ácida que tiene un pH por debajo de 7, produciendo así partículas de fosfato de zinc casi esféricas que tienen a diámetro de partícula de 0,05 μm a 3 μm y la dispersión y estabilización con un medio de dispersión. En la reacción para producir las partículas de fosfato de zinc, preferentemente, se mezcla el compuesto de zinc en partículas con ácido pirofosfórico, de manera que la proporción de masa del elemento de zinc/elemento de fósforo entre dentro del intervalo de 0,3 a 30, dando paso así a la reacción. Asimismo, al llevar a cabo la dispersión y estabilización de las partículas de fosfato de zinc en esta etapa, en presencia del compuesto de amina (a) antes descrito, se puede producir una composición de acondicionamiento superficial superior en cuanto a su estabilidad en dispersión. La generación de fosfato de zinc se puede confirmar a través de un método de difracción de rayos X.

Más concretamente, se puede producir la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con los siguientes procedimientos. (i) Se añade el compuesto de zinc en partículas en la cantidad especificada a agua pura y se somete la mezcla a agitación previa durante un período de tiempo concreto con un Disper o similar. Preferentemente, cuando se añaden el compuesto de zinc en partículas, se añade al mismo tiempo el compuesto de amina (a). (ii) Se lleva a cabo la dispersión utilizando un medio de dispersión como, por ejemplo, perlas. (iii) A continuación, se añade gradualmente ácido pirofosfórico en la cantidad especificada durante un período de tiempo, al mismo tiempo que se da lugar a la dispersión, seguido de una dispersión adicional durante un período de tiempo especificado, en virtud de lo cual se obtiene un líquido de dispersión de las partículas de fosfato de zinc. (iv) Después de luir el líquido de dispersión resultante con agua para producir la concentración de fosfato de zinc deseada, se produce la composición de acondicionamiento superficial deseada ajustando el pH de la mezcla.

Ejemplos

A continuación, se explica la presente invención con más detalle a través de ejemplos, pero sin pretender limitar la presente invención con dichos ejemplos. En los siguientes ejemplos, a no ser que se señale de otra forma "parte" y "%" representan "parte en masa" y "% en masa", respectivamente.

Ejemplo 1 (no de acuerdo con la invención)

Se añadieron a 67 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 15 partes en masa de partículas de óxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con un molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 13 partes en masa de ácido fosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua pura para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 2 (no de acuerdo con la invención)

Se añadieron a 35 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de óxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 25 partes en masa de ácido fosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua pura para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 3 (no de acuerdo con la invención)

Se añadieron a 45 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 20 partes en masa de partículas de óxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 25 partes en masa de ácido fosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua pura para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 4

Se añadieron a 40 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de óxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 20 partes en masa de ácido fosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 5

Se añadieron a 40 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de hidróxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 20 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) durante 10 minutos permitiendo la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 6

Se añadieron a 50 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 7

Se añadieron a 20 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de hidróxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 40 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo comparativo 8

Se añadieron a 50 partes en masa de agua pura 30 partes en masa de partículas de hidróxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una proporción de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadió gradualmente a esta mezcla 20 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de

acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo comparativo 9

Se añadieron a 47 partes en masa de agua pura 30 partes en masa de partículas de hidróxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 20 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 3 partes en masa de un dispersante acrílico (fabricado por Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. "Aron A6020") durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 10

Se añadieron a 49 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1 parte en masa de ácido fluorhídrico zirconio al 40 % (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 11

Se añadieron a 48,5 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de dimetiletanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1,5 partes en masa de ácido gálico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 12

Se añadieron a 49 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de dietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1 parte en masa de epicatequina (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 13

Se añadieron a 49 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de trietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1 parte en masa de saponita (fabricado por Kunimine industries Co., Ltd., "Sumecton SA") durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 14

Se añadieron a 49 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1 parte en masa de 3-mercaptopropilmetil dimetoxisilano (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 15

Se añadieron a 48,5 partes en masa de agua pura 5 partes en masa de etilendiamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de carbonato de zinc básico (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 15 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) y 1,5 partes en masa de epicatequina (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo 16

Se añadieron a 50 partes en masa de agua pura 10 partes en masa de metildietanolamina (reactivo) y 30 partes en masa de partículas de hidróxido de zinc (reactivo) y se sometió la mezcla a agitación previa utilizando un Disper a 1500 rpm durante 5 minutos. A continuación, se inició la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 %. Se añadieron gradualmente a esta mezcla 10 partes en masa de ácido pirofosfórico (reactivo) durante 10 minutos al mismo tiempo que se permitía la dispersión, seguido de dispersión adicional durante 180 minutos para obtener un líquido de dispersión de las partículas finas de fosfato de zinc. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo comparativo 1

Se añadieron a agua pura 30 partes en masa de fosfato de zinc en partículas (reactivo), 1 parte en masa de fosfato sódico tribásico (reactivo) y 1 parte en masa de sílice finamente pulverizado (fabricado por Nippon Aerosil Co., Ltd., "Aerosil 300") para obtener 100 partes en masa. A continuación, se llevó a cabo la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 % durante 180 minutos. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo comparativo 2

Se añadieron a agua pura 30 partes en masa de fosfato de zinc en partículas (reactivo) y 1 parte en masa de carboximetil celulosa (CMC: fabricado por Nippon Paper Chemicals Co., Ltd., "Sunrose APP84") para obtener 100 partes en masa. A continuación, se llevó a cabo la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 % durante 180 minutos. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

Ejemplo comparativo 3

Se añadieron a agua pura 30 partes en masa de fosfato de zinc en partículas (reactivo) y 1 parte en masa de poliácido acrílico (fabricado por Nihon Junyaku Co., Ltd., "JURYMER AC10L") para obtener 100 partes en masa. A continuación, se llevó a cabo la dispersión con el molino SG con una relación de llenado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 % durante 180 minutos. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 %, y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9.

Ejemplo comparativo 4

Como composición de acondicionamiento superficial a base de titanio, se vertió, "Surf fine 5N10", fabricado por Nippon Paint Co., Ltd. en un baño con agua corriente para dar una concentración de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9 con NaOH.

5 Ejemplo comparativo 5

Se añadieron a agua pura 30 partes en masa de fosfato de zinc en partículas de (reactivo), 3 partes en masa de un dispersante a base de poliácido acrílico (fabricado por Toagosei Chemical Industry Co., Ltd. "Aron A6020") y 1 parte en masa de bentonita (reactivo) para obtener 100 partes en masa. A continuación, se llevó a cabo la dispersión con un molino SG con una relación de rellanado de perlas de zirconia (1 mm) de 80 % durante 180 minutos. Se vertió el líquido de dispersión así obtenido en un baño con agua corriente para dar una concentración de fosfato de zinc de 0,1 % y se obtuvo la composición de acondicionamiento superficial ajustando el pH a 9.

Producción de lámina para la prueba 1

Se prepararon una chapa de acero laminada en frío (SPC) (70 mm x 150 mm x 0,8 mm), una chapa de acero con alta resistencia a la tracción (70 mm x 150 mm x 1,0 mm), así como una chapa de aluminio (70 mm x 150 mm x 1,0 mm) y una chapa de acero galvanizada (GA) (70 mm x 150 mm x 0,8 mm), que habían sido colocadas sobre cada mitad y fijadas con abrazaderas con pinzas para proporcionar una pieza modificada eléctricamente con aluminio (una pieza en la que el aluminio y la chapa de acero galvanizada están en contacto). Se sometió cada una de ellas a un tratamiento desengrasante utilizando un agente desengrasante ("SURFCLEANER EC92", nombre comercial, fabricado por Nippon Paint Co., Ltd.) a 40°C durante 2 minutos. Después, utilizando cada una de las composiciones de acondicionamiento superficial de los Ejemplos 1 a 7 y 10 a 16, así como los Ejemplos comparativos 1 a 5, 8 y 9, obtenidas tal como se ha descrito, se llevó a cabo el tratamiento de acondicionamiento superficial a temperatura ambiente durante 30 segundos. En la Tabla 1 se muestra la constitución de las composiciones de acondicionamiento superficial obtenidas, tal como se ha mencionado. Posteriormente, se sometió cada una de las láminas de metal a un tratamiento de conversión química utilizando un líquido de tratamiento de fosfato de zinc ("SURFDINE 6350", marca comercial, fabricado por Nippon Paint Co., Ltd.) a través de un método de inmersión a 35°C durante 2 minutos, seguido de lavado con agua, lavado con agua pura y secado para obtener una lámina de ensayo.

Prueba de evaluación

De acuerdo con los siguientes métodos, se determinaron el diámetro de partícula medio, la estabilidad de dispersión y las propiedades de trabado de las composiciones de acondicionamiento superficial resultantes y se llevaron a cabo varias evaluaciones de las láminas para la prueba así obtenidas.

Diámetro de partícula medio de las partículas de fosfato de zinc

Con respecto al diámetro de partícula medio de las partículas de fosfato de zinc incluidas en la composición de acondicionamiento superficial obtenida en los Ejemplos 1 a 7 y 10 a 16, así como en los Ejemplos comparativos 1 a 5, 8 y 9, se llevó a cabo la determinación utilizando un fotómetro de dispersión de luz electroforética ("Photal ELS-800", nombre comercial, fabricado por Otsuka Electronics Co., Ltd.). En la Tabla 1 se muestran los resultados.

Cristal de fosfato de zinc

Se comprobó si se habían generado o no cristales de fosfato de zinc en los Ejemplos por determinación difractométrica de rayos X. Para la determinación, se utilizó un difractómetro de rayos X "GeigerFlex RAD-2B" fabricado por Rigaku Corporation. En la Tabla 1 se muestran los resultados.

40 Cantidad de película de revestimiento de conversión

Utilizando un aparato de medición de rayos X fluorescente ("XRF-1700", nombre comercial, fabricado por Shimadzu Corporation), se midió la masa de la película de revestimiento de conversión con la cantidad de elemento P incluida en la película de revestimiento de conversión obtenida en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos como marcador. En la Tabla 1 se muestran los resultados.

45 Cristal de la película de revestimiento

Se evaluó visualmente el aspecto e los cristales de la película de revestimiento de conversión obtenida en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos sobre la base de los siguientes patrones. Por otra parte, se midió el tamaño de los cristales de la película de revestimiento de conversión formada con un microscopio electrónico "JSM-5600LV"

fabricado por JEOL DATUM LTD. En la Tabla 1 se muestran los resultados.

A: formado uniforme y finamente sobre toda la superficie

B: aproximadamente formado sobre toda la superficie

C: no formado en algunas partes

5 D: no se formó prácticamente ninguna película de revestimiento de conversión

Propiedades de trabajado

10 Con respecto a las propiedades de trabajado, se realizó la evaluación en cuanto a la irregularidad de la conversión química, la generación de herrumbre, el diámetro de partícula obtenido por la dispersión durante un período de tiempo breve. Los patrones de evaluación y el método de evaluación de cada evaluación fueron los siguientes. La evaluación de la irregularidad de la conversión química y la generación de herrumbre se llevó a cabo utilizando la película de revestimiento de conversión formada sobre SPC.

Irregularidad de la conversión química

A: no se observó prácticamente ninguna irregularidad entre las piezas sometidas a tratamiento de conversión química con agitación vigorosa y otras partes

15 B: se observó una ligera irregularidad entre las piezas sometidas a tratamiento de conversión química con agitación vigorosa y otras piezas.

C: se observó irregularidad entre las piezas sometidas al tratamiento de conversión química con agitación vigorosa y otras partes.

Generación de herrumbre

20 A: no se generó herrumbre

B: se generaron unas ligeras manchas de herrumbre

C: se generaron manchas de herrumbre en toda la superficie.

Diámetro de partícula medio obtenido por dispersión durante un breve periodo de tiempo

25 Se midió en cada uno de los Ejemplos y los Ejemplos comparativos, el diámetro de partícula medio 60 minutos después del inicio de la dispersión utilizando un fotómetro de dispersión de luz electroforética ("Photal ELS-800", marca comercial, fabricado por Otsuka Electronics Co., Ltd.). En la Tabla, "-" representa que no se realizó la evaluación.

Estabilidad de dispersión

30 Se dejaron reposar las composiciones para el acondicionamiento superficial obtenido en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos a 40°C durante 30 días y después se evaluó el aspecto y el comportamiento de acuerdo con los siguientes patrones. La evaluación se realizó a una concentración de 30 % y una concentración de 45 %, respectivamente. En la Tabla 1 se muestran los resultados.

A: no se observó un aspecto anormal, sin alteración del comportamiento de conversión química con respecto al producto inicial.

35 B: separación visible sin alteración del comportamiento de conversión química con respecto al producto inicial.

C: se observó sedimentación, conversión química fallida.

-: sin evaluar

Resistencia a la corrosión

5 Se sellaron las películas de revestimiento de conversión (se utilizó SPC) obtenidas en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos con cinta adhesiva y se realizaron cortes en cruz con un cúter, tras lo cual se llevó a cabo la prueba de corrosión cíclica (CCT). Más específicamente, se pulverizó de forma continua en un dispositivo de pruebas de pulverización salina mantenido a una temperatura de 35 °C con una humedad de 95 %, una solución acuosa al 5 % de NaCl mantenida a una temperatura de 35°C durante 2 horas. A continuación, después del secado en condiciones de una temperatura de 60 °C con una humedad de 20 a 30 % durante 4 horas, se mantuvo la pieza de la prueba en condiciones de humedad a 50 °C, con una humedad de 95 % o más alta durante 2 horas. Estas etapas se especificaron como un ciclo y se midió la anchura de la ampolla de la película revestida al cabo de 200 ciclos. En la Tabla 1 se muestran los resultados (los Ejemplos 1 a 3 no son de acuerdo con la invención).

10

Tabla 1

	Compuesto de zinc	Ácido	Amina	Aditivo	pH	Diámetro partícula (mM)	DX (difracción rayos X)
Ejemplo 1	óxido de zinc (15)	ácido fosfórico (13)	MDEA (5)	-	9	0,7	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 2	óxido de zinc (30)	ácido fosfórico (25)	MDEA (10)	-	9	0,38	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 3	óxido de zinc (20)	ácido fosfórico (25)	MDEA (10)	-	9	0,44	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 4	óxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (20)	MDEA (10)	-	9	0,44	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 5	hidróxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (20)	MDEA (10)	-	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 6	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	MDEA (5)	-	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 7	hidróxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (40)	MDEA (10)	-	9	2,2	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$ $/Zn_2P_2O_7$
Ej. comp. 8	hidróxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (20)	-	-	9	1,6	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ej. comp. 9	hidróxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (20)	-	Dispersante a base de ácido acrílico	9	0,35	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 10	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	MDEA (5)	ácido zircón fluorhídrico	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 11	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	DMEA (5)	ácido gálico	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 12	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	DEA (5)	epicatequina (1)	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 13	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	TEA (5)	seponita (1)	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 14	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	MDEA (5)	3MPMDMS(1)	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 15	Carbonato de zinc básico (30)	ácido pirofosfórico (15)	EDA (5)	epicatequina (1.5)	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ejemplo 16	hidróxido de zinc (30)	ácido pirofosfórico (10)	MDEA (10)	-	9	0,30	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$ $/ZnO$
Ej. comp. 1	fosfato de zinc (30)	ácido fosfórico tribásico -Na (1)	-	SiO ₂ (1)	9	8	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ej. comp. 2	fosfato de zinc (30)	-	-	CMC (1)	9	0,7	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ej. comp. 3	fosfato de zinc (30)	-	-	poliácido acrílico (1)	9	0,6	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$
Ej. comp. 4		surf fine 5N-10			9	-	-
Ej. comp. 5	fosfato de zinc (30)	-		Dispersante a base de ácido acrílico (3) bentonita (1)	9	0,7	$Zn_3(PO_4)_2(H_2O)_4$

MDEA: metil dietanolamina

DMEA: dimetiletetanolamina

DEA: dietanolamina

TEA: trietanolamina

EDA: etilen diamina

3MPMDMS: 3-mercaptopropilmetil dimetoxilano

Tabla 1 (continuación)

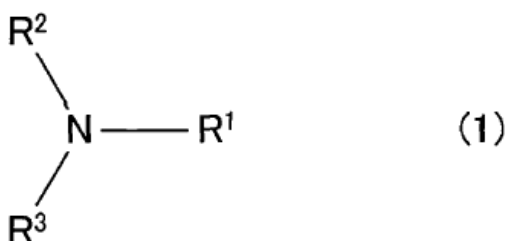
	SPC		chapa de acero alta resistencia a la tracción	Parte modificada eléctricamente con AL		Propiedades de trabajado			Estabilidad		Resistencia a la corrosión
	Película revestimiento cristal	Cantidad de película revestimiento		Película de revestimiento cristal	Cantidad de película de revestimiento	Irregularidad Película de revestimiento	Herrumbre	Dispersión en breve periodo	30 %	45 %	
Ejemplo 1	A	1,7	A	A	1	A	A	0,98	-	-	8
Ejemplo 2	A	1,6	A	A	1,1	A	A	0,52	B	B	7
Ejemplo 3	A	1,7	A	A	1	A	A	0,59	B	B	7
Ejemplo 4	A	1,5	A	A	1,2	A	A	0,61	B	B	8
Ejemplo 5	A	1,2	A	A	1,1	A	A	0,49	B	B	8
Ejemplo 6	A	1,2	A	A	1,2	A	A	0,5	B	B	9
Ejemplo 7	B	1,9	B	B	1	A	A	-	-	-	9
Ej. comp. 8	B	1,9	B	B	1	A	A	-	-	-	9
Ej. comp. 9	A	1,5	A	A	1,2	B	B	0,49	-	-	8
Ejemplo 10	A	1	A	A	1,1	A	A	0,52	B	B	7
Ejemplo 11	A	1	A	A	1,3	A	A	0,52	B	B	9
Ejemplo 12	A	1	A	A	1,3	A	A	0,48	B	B	9
Ejemplo 13	A	1,2	A	A	1,1	A	A	0,51	B	B	9
Ejemplo 14	A	1,1	A	A	1,1	A	A	0,47	B	B	6
Ejemplo 15	A	1	A	A	1,3	A	A	0,53	B	B	9
Ejemplo 16	A	1,2	A	A	1,1	A	A	0,49	A	B	8
Ej. comp. 1	sin adhesión observada	sin adhesión observada	sin adhesión observada	sin adhesión observada	sin adhesión observada	sin adhesión observada	sin adhes. observada	-	C	solidificado	-
Ej. comp. 2	B	2,3	Herrumbre C	sin adhesión observada	sin adhesión observada	B	B	1,35	B	solidificado	12
Ej. comp. 3	B	2,2	Herrumbre C	sin adhesión observada	sin adhesión observada	B	C	1,29	B	solidificado	12
Ej. comp. 4	B	2,1	Herrumbre C	sin adhesión observada	sin adhesión observada	A	A	-	polvo	polvo	12
Ej. comp. 5	B	1,7	B	C	0,6	C	C	1,38	B	solidificado	11

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de metal antes de someterla a un tratamiento de conversión química a base de fosfato, que comprende las etapas de:

- 5 mezclado de al menos un tipo de compuesto de zinc en partículas seleccionado del grupo que consiste en óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc básico con ácido pirofosfórico, dando paso a la reacción en una solución acuosa ácida que tiene un pH por debajo de 7 para producir una partícula de fosfato de zinc casi esférica con un diámetro de partícula medio de 0,05 µm a 3 µm;

10 en el que las partículas de fosfato de zinc se obtienen por dispersión y estabilización en presencia de un compuesto de amina representado por la siguiente fórmula (1):



15 en la que R^1 , R^2 y R^3 representan cada uno de ellos independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono o un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 10 átomos de carbono que tiene un grupo funcional hidrófilo en su esqueleto, de manera que R^1 , R^2 y R^3 no son todos un átomo de hidrógeno, sin embargo; y

dispersión y estabilización de las partículas resultantes con un medio de dispersión, teniendo la composición de acondicionamiento superficial un pH de 3 a 12.

20 2. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además al menos uno de los compuestos de zinc en partículas y el ácido pirofosfórico que permanece como material sin reaccionar en la reacción que produce el fosfato de zinc en partículas.

3. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el grupo funcional hidrófilo es un grupo hidroxilo.

25 4. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto amina es una alcanolamina terciaria.

5. El método para la producción de la composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un ácido orgánico aromático, un compuesto fenólico y una resina fenólica.

30 6. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de arcilla, partículas finas de un óxido y un agente espesante hidrosoluble.

35 7. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende además al menos uno seleccionado del grupo que consiste en una resina con contenido en grupo carboxilo hidrosoluble, un sacárido y un compuesto de ácido fosfónico.

8. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende además un agente quelante y/o un tensioactivo.

40 9. El método para la producción de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además un ion complejo de zirconio y/o un ion metálico oxidado.

10. Un método de acondicionamiento superficial para su uso en el acondicionamiento de una superficie de un metal antes de someterlo a un tratamiento de conversión química a base de fosfato, que comprende una etapa de:

puesta en contacto de una composición de acondicionamiento superficial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 con la superficie del metal.

Fig. 1

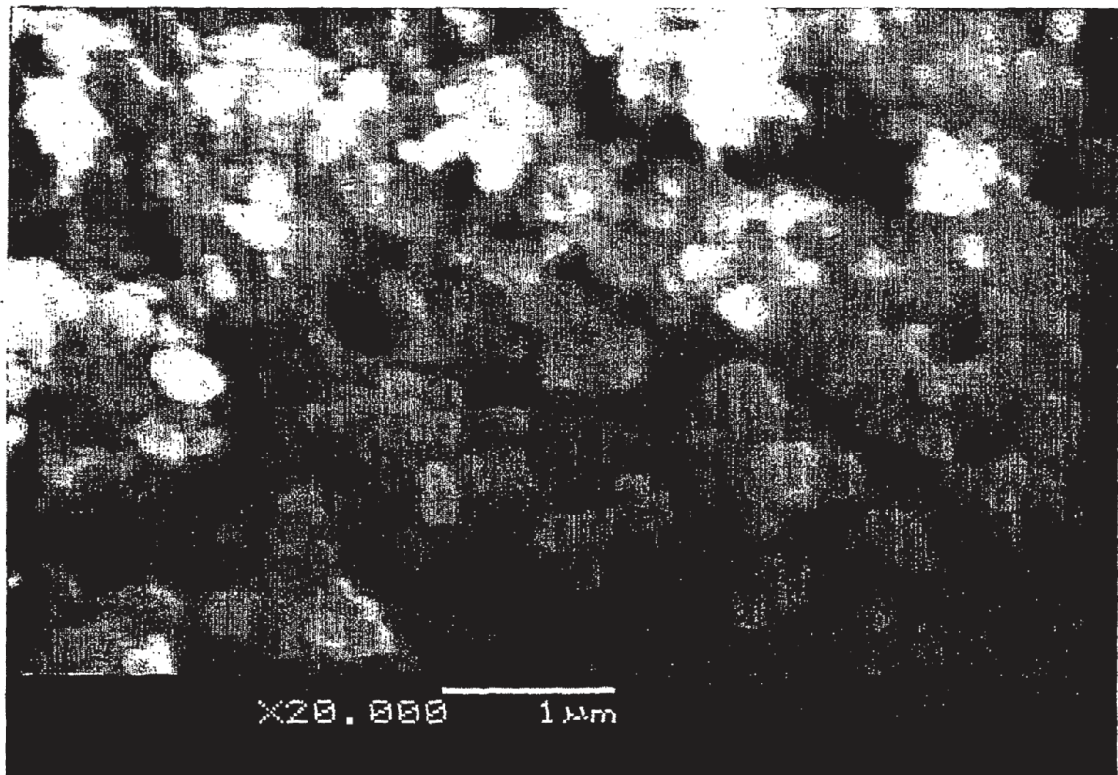


Fig. 2

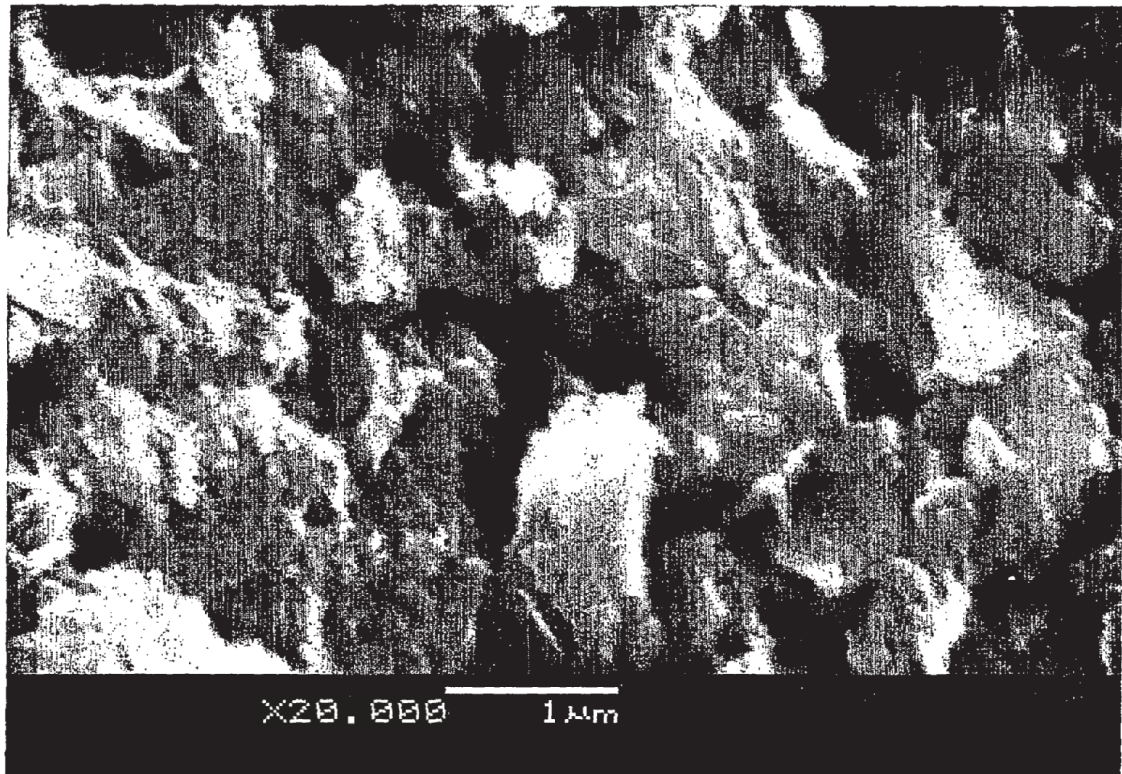
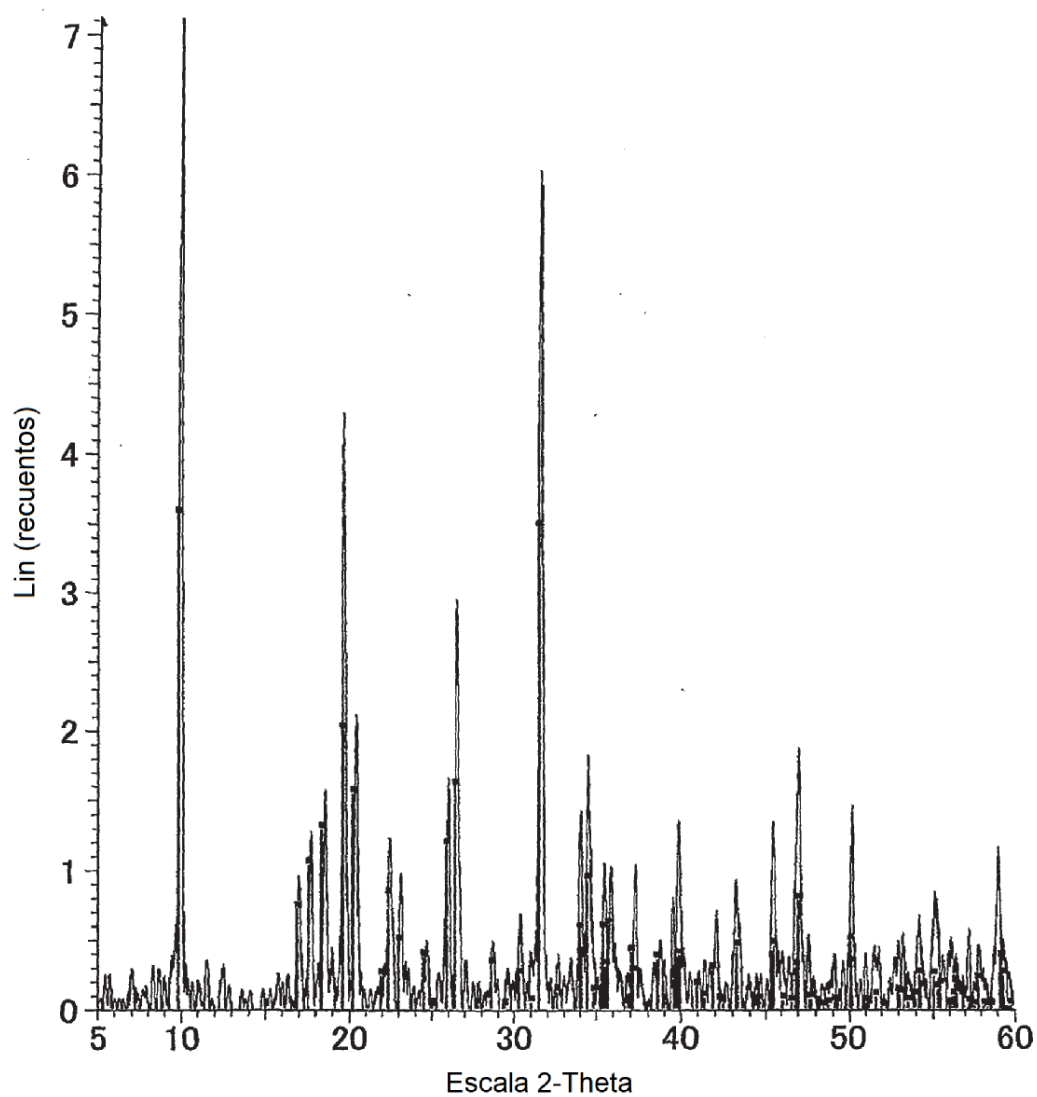


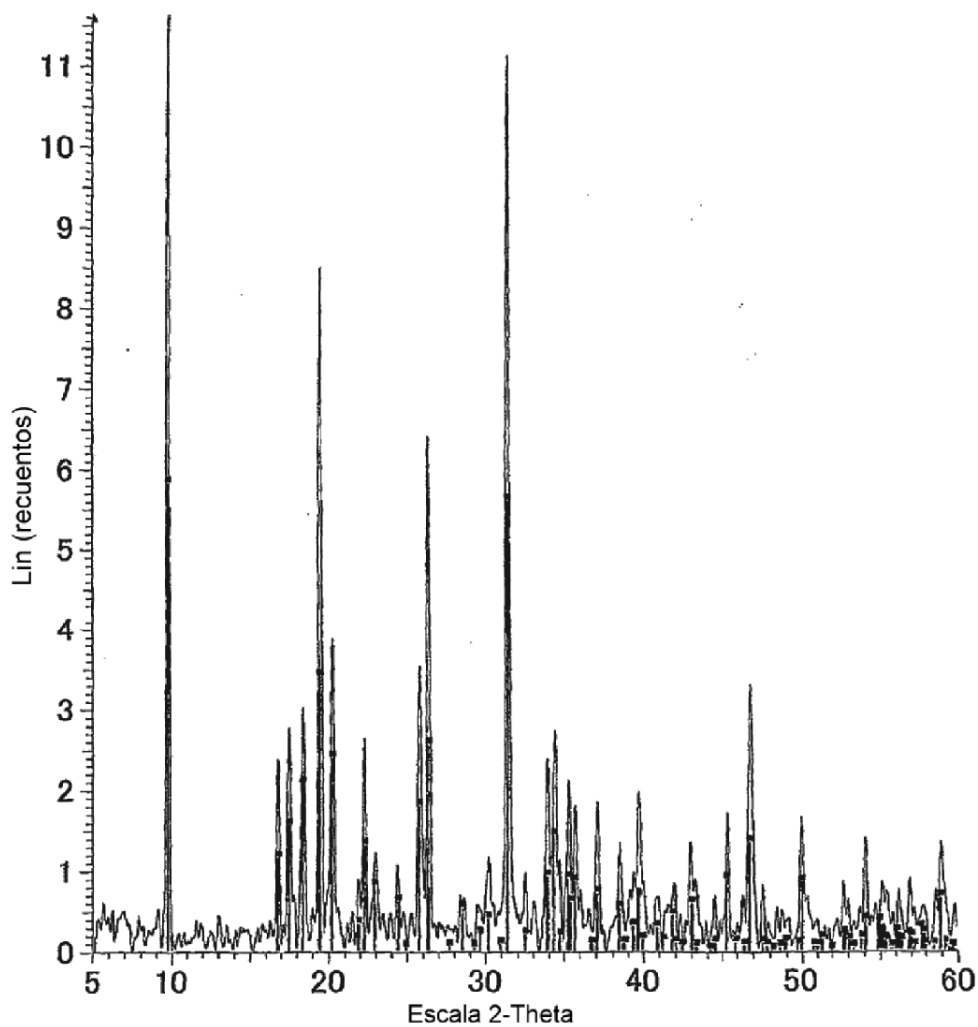
FIG. 3



☒ Fosfato Zn materia prima porcelana – Registro 426-2(060106), bruto – Tipo: 2Th/Th locked –
 Inicio: 5.000° – final: 60.000° – Etapa: 0,010° – Tiempo de etapa: 0,1 s –
 Operaciones: Suave 0,150 Fondo 1.000, 1.000 Importación

☒ 01-070-1907(C) – Hopeíta – $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_4$ – Y: 50,00 % - d x por: 1. WL 1.5406 –
 ortorrómbico – a 10.55300 – b 18.19900 – c 5.03100-

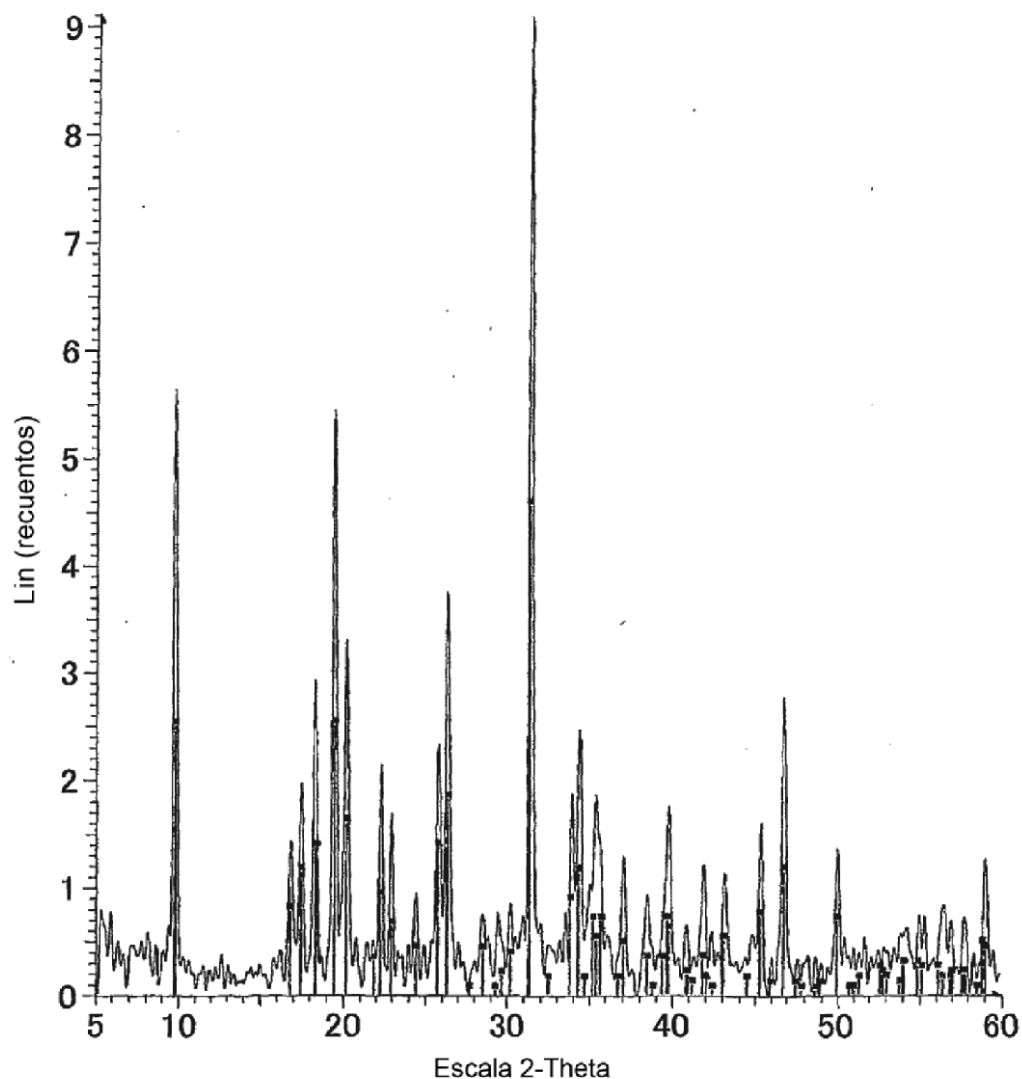
FIG. 4



433(ZnO + MDEA + Zr) – Registro: 433.bruto – Tipo: 2Th/Th locked - Inicio: 5.000° – final: 60.000° – Etapa: 0,010° – Tiempo de etapa: 0,1 s – Temp.: 25 °C (ambiente)
Operaciones: Suave 0,150 Suave 0,150 Fondo 1.000, 1.000 Importación

01-076-0896 (C) – Hopeíta – $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_4$ – Y: 50,00 % - d x por: 1. WL 1.5406 – ortorrómbico – a 10.59700 – b 18.31800 – c 5.03100-

FIG. 5



523 – Registro 523 bruto - Tipo: 2Th/Th cerrado – Inicio: 5.000° – Final: 60.000° –
 Etapa: 0,010° – Tiempo de etapa: 0,1 s – Temp. 25 °C (Ambiente)- Tiempo de inicio
 Operaciones: Suave 0,150 Suave 0,150 Suave 0,150 Suave 0,150
 Fondo 1.000, 1.000 Importación

00-033-1474(*) – Hopeíta, sin – $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_4$ – Y: 50,00 % - d x por: 1. WL 1.5406 –
 ortorrómbico – a 10.61100 – b 18.31200 – c 5.0309

Fig. 6

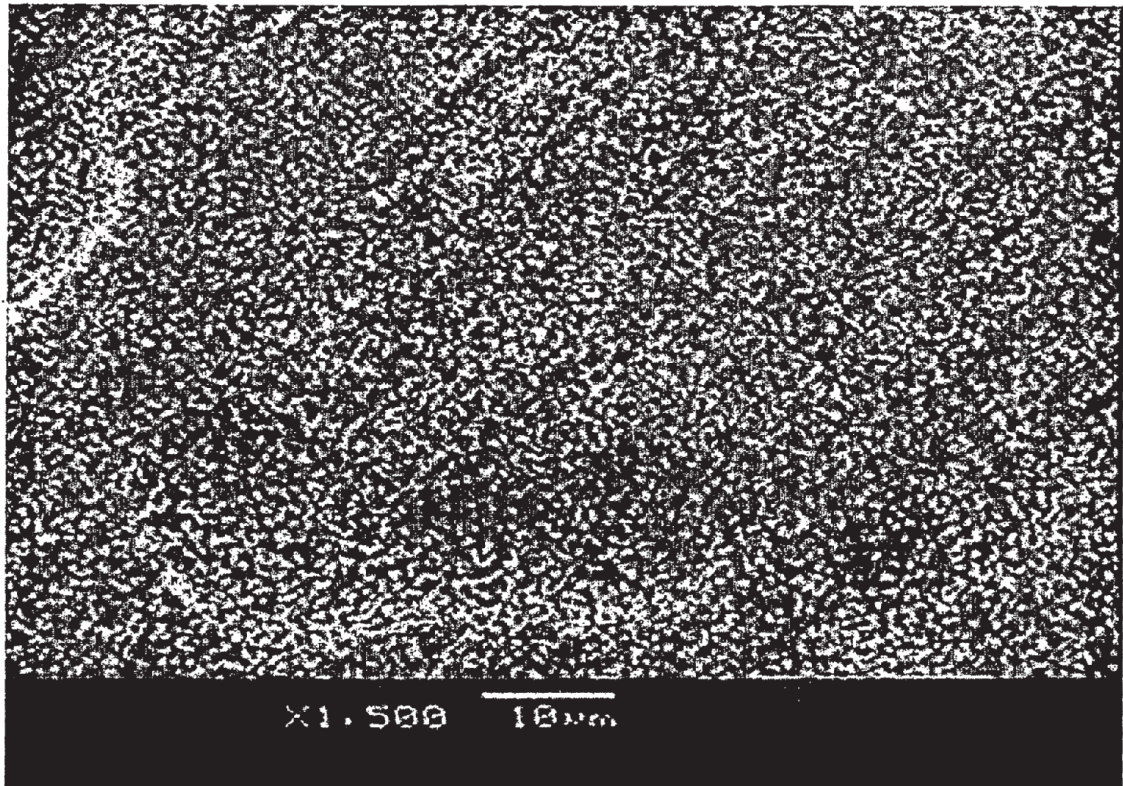


Fig. 7

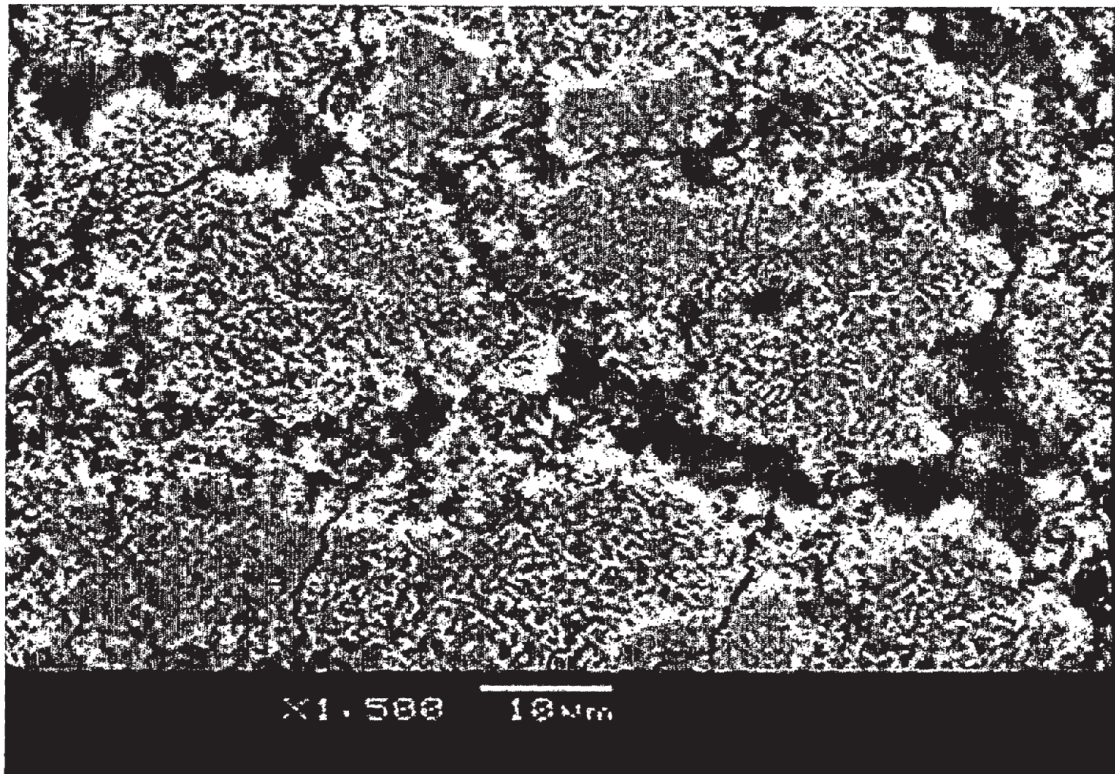
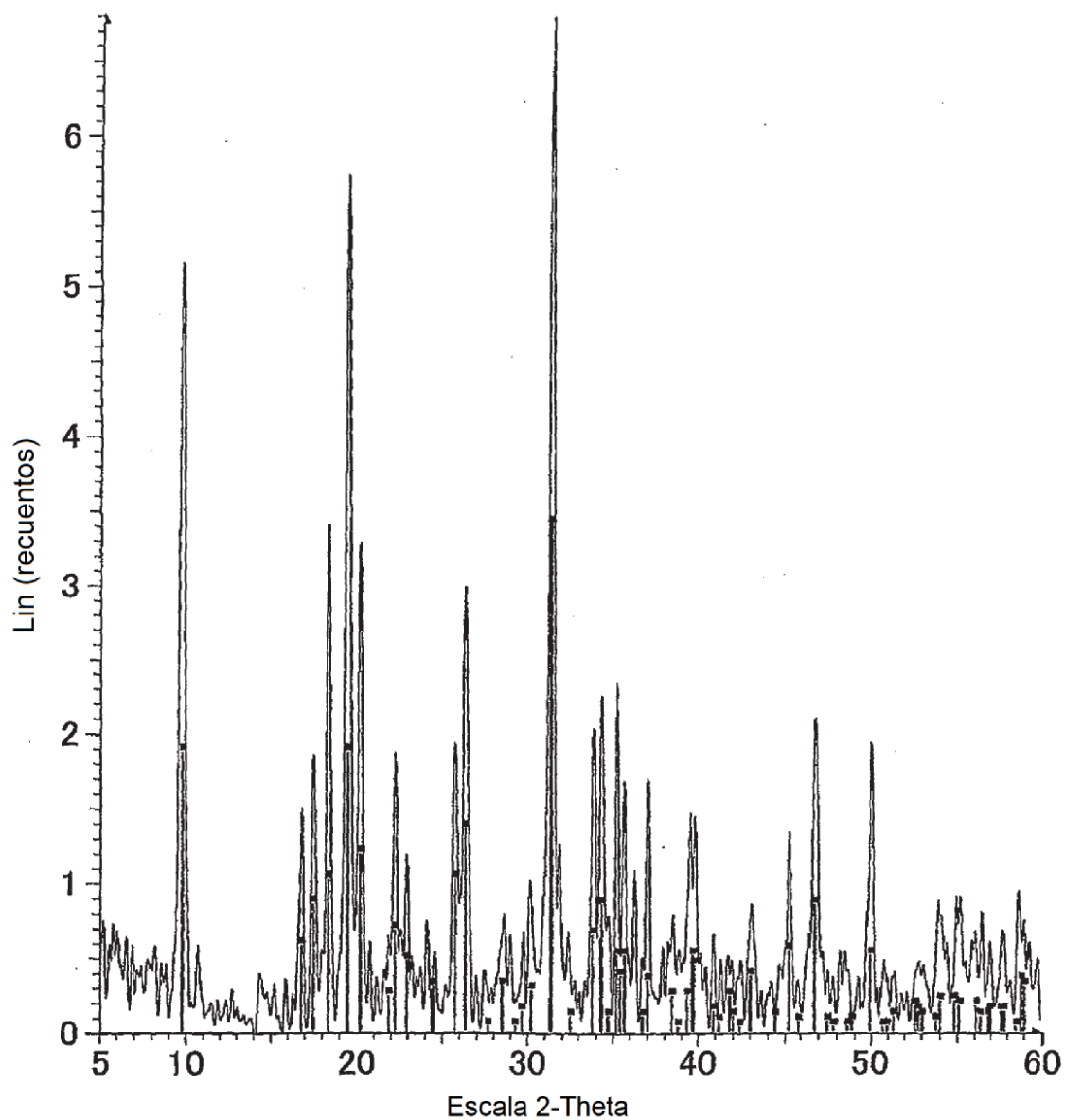


FIG. 8



24 dic 2005-syounaiyoroze_minikachi – Registro: GL1.raw – Type: 2Th/Th locked
 Inicio: 5.000° – final: 60.000° – Etapa: 0,010° – Tiempo de etapa: 0,1 s –
 Operaciones: Suave 0,150 Suave 0,150 Fondo 1.000, 1.000
 Fondo 1.000, 1.000 Importación

00-033-1474(*) – Hopeita, sin – $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_4$ – Y: 50,00 % - d x por: 1. WL 1.5406 –
 ortorrómico – a 10.61100 – b 18.31200 – c 5.0309-

Fig. 9

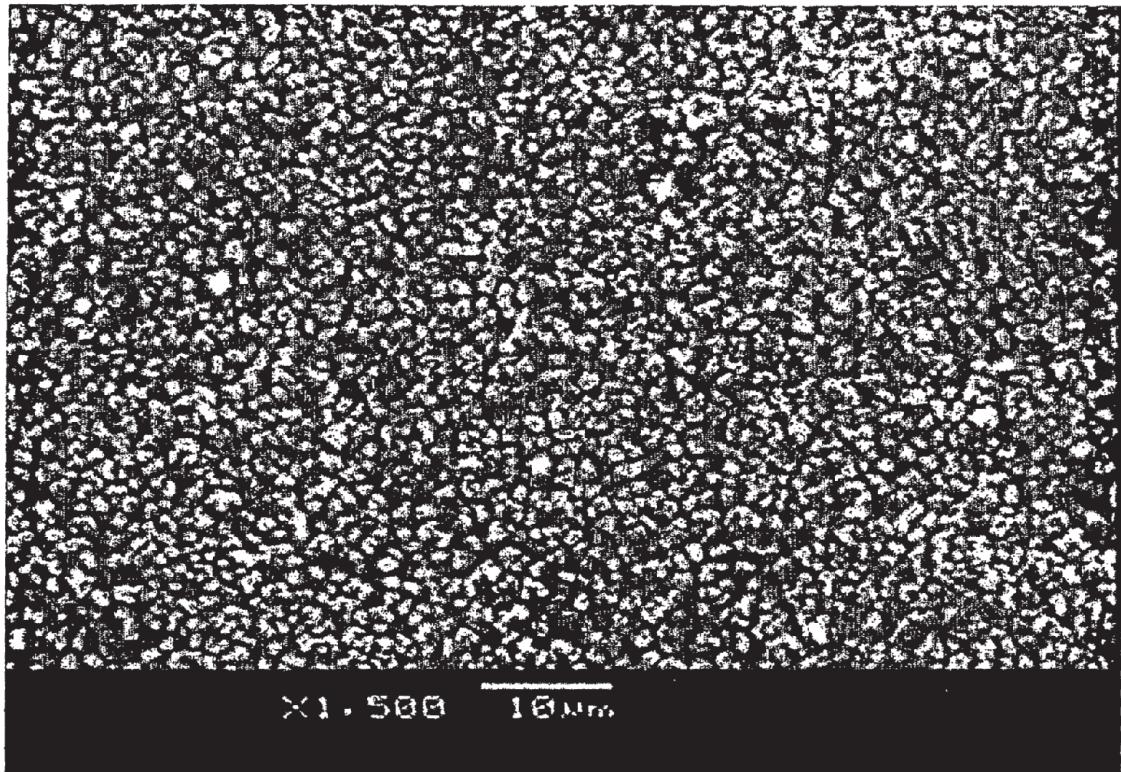


Fig. 10

