

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第3部門第4区分
 【発行日】平成26年8月14日(2014.8.14)

【公表番号】特表2013-534972(P2013-534972A)
 【公表日】平成25年9月9日(2013.9.9)
 【年通号数】公開・登録公報2013-049
 【出願番号】特願2013-517208(P2013-517208)
 【国際特許分類】

C 2 3 C 22/36 (2006.01)
 C 2 3 C 22/56 (2006.01)
 B 0 5 D 7/14 (2006.01)
 B 0 5 D 3/10 (2006.01)

【F I】

C 2 3 C 22/36
 C 2 3 C 22/56
 B 0 5 D 7/14 1 0 1
 B 0 5 D 7/14 A
 B 0 5 D 3/10 L

【手続補正書】

【提出日】平成26年6月23日(2014.6.23)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

本発明による以下の方法により、上記目的は達成される：アルミニウムからなる少なくとも一部、および亜鉛からなる少なくとも一部、並びに任意に、鉄からなる一部を含む複合金属構造体の化学的前処理方法であって、該方法は、

(I) 第一段階で、亜鉛と鉄からなる部分上に、0.5ないし5g/m²の範囲の被覆重量で表面カバー結晶性磷酸亜鉛層の形成をもたらすが、アルミニウム部分上に少なくとも0.5g/m²の被覆重量を備えた磷酸亜鉛層を生じさせない、複合金属構造体の磷酸亜鉛処理溶液による処理を含み、

およびその後、水による中間的なリンスを行い又は行わず、

(II) 第二段階で、3.5ないし5.5の範囲にpH値を有する酸性処理溶液の複合金属構造体上への適用を含み、該酸性処理溶液は、亜鉛と鉄からなる部分上で、段階(I)で付着した結晶性磷酸亜鉛の50%以下を溶解除去するが、アルミニウム部分上に少なくとも0.5g/m²の層重量を有する表面カバー結晶性磷酸塩層ではない転化層を形成し、

段階(I)における磷酸亜鉛処理溶液は、20ないし65°Cの範囲の温度を有し、および少なくとも0.005g/lであって、数8と溶液温度(°C)の商(8/T)以下である遊離フッ化物量(g/lで測定)を含み、

磷酸亜鉛処理溶液は、少なくとも0.025g/lであるが1g/l未満の、SiF₆として計算された水溶性無機化合物の形態でのシリコンを含み、水溶性無機化合物の形態でのシリコンの濃度[mMとしてのSi]と遊離酸ポイント数で割った遊離フッ化物の濃度[mMとしてのF]の積(Si/mM)・(F/mM)は5以下であり、

磷酸亜鉛処理溶液中の遊離酸ポイント数は、少なくとも0.4ポイントとなるが3.0ポイントの値を超過しない、方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

他の態様では、本発明は、アルミニウムからなる部分を包含する金属複合構造体における鋼表面、亜鉛メッキおよび/または合金亜鉛メッキされた鋼表面を選択的に磷酸塩処理するための磷酸亜鉛処理溶液(A)であって、少なくとも0.4ポイントだが3ポイント以下の遊離酸含有量、および2.2~3.6の範囲のpH値を有し、

(a)5-50g/lの磷酸塩イオン、

(b)0.3-3g/lの亜鉛(II)イオン、

(c)少なくとも10ppmであるが100ppm以下の遊離フッ化物イオン、および

(d)少なくとも0.025g/lであるが1g/l未満の、 SiF_6 として計算された水溶性無機化合物の形態でのシリコン

を含み、水溶性無機化合物の形態でのシリコンの濃度[mMとしてのSi]と遊離酸ポイント数で割った遊離フッ化物の濃度[mMとしてのF]の積(Si/mM)・(F/mM)は5以下、好ましくは4.5以下、特に好ましくは4.0以下である、磷酸亜鉛処理溶液(A)に関する。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0036】

好適な態様では、本発明による磷酸亜鉛処理溶液(A)は、ジルコニウム元素および/またはチタン元素に対して合計5ppm以下、特に好ましくは合計1ppm以下のジルコニウムおよび/またはチタンの水溶性化合物を含有し、特にジルコニウムおよび/またはチタンの水溶性化合物を含有しない。

【手続補正4】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

アルミニウムからなる少なくとも一部、および亜鉛からなる少なくとも一部、並びに任意に、鉄からなる一部を含む複合金属構造体の有機被覆に先立つ化学的前処理方法であって、該方法は、

(I)第一段階で、亜鉛と鉄からなる部分上に、0.5ないし5g/m²の範囲の被覆重量で表面カバー結晶性磷酸亜鉛層の形成をもたらすが、アルミニウム部分上に少なくとも0.5g/m²の被覆重量を備えた磷酸亜鉛層を生じさせない、複合金属構造体の磷酸亜鉛処理溶液による処理を含み、

およびその後、水による中間的なリンスを行い又は行わず、

(II)第二段階で、3.5ないし5.5の範囲にpH値を有する処理溶液の複合金属構造体上への適用を含み、該溶液は、亜鉛と鉄からなる部分上で、段階(I)で付着した結晶性磷酸亜鉛の50%以下を溶解除去するが、アルミニウム部分上に少なくとも0.5g/m²の層重量を有する表面カバー結晶性磷酸塩層ではない転化層を形成し、

段階(I)における磷酸亜鉛処理溶液は、20ないし65°Cの範囲の温度を有し、および少なくとも0.005g/lであって、数8と溶液温度(°C)の商(8/T)以下である遊離フッ化物量(g/lで測定)を含み、

磷酸亜鉛処理溶液は、少なくとも0.025g/lであるが1g/l未満の、 SiF_6 として計算された水

溶性無機化合物の形態でのシリコンを含み、水溶性無機化合物の形態でのシリコンの濃度 [mMとしてのSi]と遊離酸ポイント数で割った遊離フッ化物の濃度 [mMとしてのF]の積 ($\frac{\text{Si}}{\text{mM}} \cdot (\text{F}/\text{mM})$) は5以下であり、
燐酸亜鉛処理溶液中の遊離酸ポイント数は、少なくとも0.4ポイントとなるが3.0ポイントの値を超過しない、方法。

【請求項2】

段階(1)における燐酸亜鉛処理溶液は、

- (a) 5-50g/lの燐酸塩イオン、
 - (b) 0.3-3g/lの亜鉛(II)イオン
- を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

段階(1)における燐酸亜鉛処理溶液は、ジルコニウム元素および/またはチタン元素に対して合計5ppm以下の、好ましくは合計1ppm以下の、ジルコニウムおよび/またはチタンの水溶性化合物を含有する、請求項1～2のいずれかに記載の方法。

【請求項4】

段階(1)における燐酸亜鉛処理溶液は、少なくとも0.6ポイント、好ましくは少なくとも1.0ポイントであるが、2.5ポイント以下、好ましくは2.0ポイント以下の遊離酸含有量を有する、請求項1～3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】

総酸含有量は、少なくとも10ポイント、好ましくは少なくとも15ポイントであるが、50ポイント以下、好ましくは25ポイント以下である、請求項1～4のいずれかに記載の方法。

【請求項6】

段階(1)における処理溶液は、ジルコニウム元素および/またはチタン元素に対して合計10～1500ppmの、ジルコニウムおよび/またはチタンのフルオロ複合体を含む、請求項1～5のいずれかに記載の方法。

【請求項7】

鋼および亜鉛メッキ鋼および/または合金亜鉛メッキ鋼上に0.5ないし5g/m²の範囲の被覆重量を有する表面カパー結晶性燐酸亜鉛層を形成する、第一段階(1)における複合金属構造体の燐酸亜鉛処理溶液による処理は、燐酸亜鉛処理溶液の浸漬適用を含む、請求項1～6のいずれかに記載の方法。

【請求項8】

少なくとも0.4ポイントであるが3ポイント以下の遊離酸含有量、および2.2ないし3.6の範囲のpH値を有し、

- (a) 5-50g/lの燐酸塩イオン、
- (b) 0.3-3g/lの亜鉛(II)イオン、
- (c) 少なくとも10ppmであるが100ppm以下の遊離フッ化物イオン、
- (d) 少なくとも0.025g/lであるが1g/l未満の、SiF₆として計算された水溶性無機化合物の形態でのシリコン

を含む燐酸亜鉛処理溶液であって、水溶性無機化合物の形態でのシリコンの濃度 [mMとしてのSi]と遊離酸ポイント数で割った遊離フッ化物の濃度 [mMとしてのF]の積 ($\frac{\text{Si}}{\text{mM}} \cdot (\text{F}/\text{mM})$) は5以下である、溶液。

【請求項9】

ジルコニウム元素および/またはチタン元素に対して合計5ppm以下、好ましくは合計1ppm以下の、ジルコニウムおよび/またはチタンの水溶性化合物を含む、請求項8に記載の燐酸亜鉛処理溶液。