

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 140244

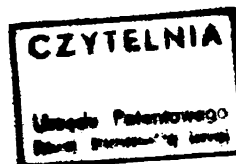
Patent dodatkowy
do patentu —

Zgłoszono: 83 05 18 (P. 242 018)

Pierwszeństwo —

Zgłoszenie ogłoszono: 84 11 19

Opis patentowy opublikowano: 88 02 29



Int. Cl.⁴ C23C 22/18

Twórcy wynalazku: Helena Białostocka, Hanna Kolankowa, Ewa Maślankiewicz
Uprawniony z patentu: Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa (Polska)

ŚRODEK DO SPORZĄDZANIA KĄPIELI DO FOSFORANOWANIA

Przedmiotem wynalazku jest środek do sporządzania kąpeli do fosforanowania. Środek przeznaczony jest zasadniczo do fosforanowania w obniżonej temperaturze. Kąpiel sporządzona ze środka jest stosowana do fosforanowania metodą natryskową w temperaturze 25°-30°C. Środek może być również stosowany do fosforanowania metodą zanurzeniową w temperaturze 55-60°C. Środek przeznaczony jest do fosforanowania elementów stalowych w celu przygotowania powierzchni do malowania, jak również i w specyficznych przypadkach do olejowania. Wytworzona powłoka fosforanowa zwiększa odporność korozyjną i poprawia właściwości mechaniczne, zwłaszcza przyczepność do podłoża nakładanej warstwy lakierowej. Właściwości zestawu powierzchnia metalowa - powłoka fosforanowa - warstwa lakieru (oleju) zależne są w znacznej mierze od struktury wytworzonej warstwy fosforanowej.

Znane środki do wytwarzania powłok fosforanowych stosowane są w kąpielach pracujących głównie w temperaturach podwyższonych 50°-98°C. Szybkość reakcji fosforanowania wzrasta ze wzrostem temperatury i to jest główną przyczyną prowadzenia procesu fosforanowania w temperaturach podwyższonych. W kąpielach pracujących w temperaturze otoczenia, na przykład w kąpieli o nazwie handlowej Ankofoś 2, czas fosforanowania jest stosunkowo długi i wynosi około 15 minut. Prowadzenie procesu fosforanowania natryskowego w temperaturze około 60°C lub zanurzeniowego w temperaturze 98°C powoduje ogromne zużycie energii cieplnej dochodzące do 50 % zużycia energii całej lakierni. Obniżenie temperatury samego procesu fosforanowania natryskowego z 60° do 30°C, jak również procesu fosforanowania zanurzeniowego z 98° do 60° zmniejsza koszty wytwarzania powłoki fosforanowej o około 40 %.

Znany środek do fosforanowania w temperaturze 20°-25°C, zgodnie z PN-55/H-97015 zawiera w swoim składzie 154 g/l P₂O₅, 302 g/l jonów NO₃⁻, 176 g/l jonów Zn, 20 g/l Na₂O i 0,05 g/l jonów Cu²⁺. Kąpiel przyspieszana jest azotynem sodu. Powłoki fosforanowe otrzymane z tej kąpeli metodą zanurzeniową mają grubość ok. 8 μm, co odpowiada masie jednostkowej około 10 g/m². Skład znanego środka do fosforanowania w temperaturze 98°C metodą zanurzeniową według tej samej normy przedstawia się następująco: Zn - 210 g/l,

P_2O_5 - 253 g/l, NO_3^- - 261 g/l, Ni - 0,7 g/l. Grubość powłoki fosforanowej otrzymanej z tej kąpieli wynosi ok. 15 μm , co odpowiada masie jednostkowej około 18 g/m².

Celem wynalazku jest opracowanie środka do sporządzania kąpieli pracującej przy metodzie natryskowej w temperaturze 25-35°C, a przy metodzie zanurzeniowej w temperaturze 55°-60°C.

Środek według wynalazku do fosforanowania sposobem natryskowym stanowi wodny roztwór oparty na podstawie jonów fosforanowych, azotanowych i cynkowych. Środek do sporządzania kąpieli do fosforanowania według istoty wynalazku charakteryzuje się tym, że zawiera jony PO_4^{3-} w przeliczeniu na P_2O_5 290-321 g/l, jonów NO_3^- 136-166 g/l, jonów Zn^{+} 139-170 g/l i ponadto jonów Mn^{+} 12-17 g/l, przy czym proporcje wagowe zawartych w roztworze ilości jonów Zn do jonów Mn wynoszą jak (od 9 do 11) : (od 0,8 do 1,1), proporcje wagowe jonów PO_4^{3-} w przeliczeniu na P_2O_5 do jonów NO_3^- wynoszą jak (od 1,9 do 2,1) : (od 0,9 do 1,1) a stosunek sumarycznej wagowo zawartości jonów fosforanowych PO_4^{3-} w przeliczeniu na P_2O_5 łącznie z jonami NO_3^- do sumarycznej wagowo zawartości jonów Zn łącznie z jonami Mn wynosi jak (od 2,3 do 3,3) : (od 0,9 do 1,1). Żeby środek według wynalazku stosować do fosforanowania zanurzeniowego wprowadza się ponadto jony niklu i jony miedzi, korzystnie w postaci azotanów niklu i azotanów miedzi.

Środek według wynalazku do fosforanowania sposobem zanurzeniowym zawiera w roztworze wodnym jony PO_4^{3-} w przeliczeniu na P_2O_5 188-208 g/l, jonów NO_3^- 88-181 g/l, jonów Zn 90-110 g/l a ponadto jonów Mn 8-11 g/l, jonów Ni 0,2-28 g/l i jonów Cu 0,01-2 g/l, przy czym proporcje wagowe zawartych w roztworze jonów Zn do jonów Mn do jonów Ni do jonów Cu wynoszą jak (od 9 do 11) : (od 0,8 do 1,1) : (od 0,02 do 2,8) : (od 0,001 do 0,2), proporcje wagowe zawartych w roztworze ilości jonów PO_4^{3-} w przeliczeniu na P_2O_5 do ilości jonów NO_3^- wynoszą jak (od 1,9 do 2,1) : (od 0,9 do 1,8) a stosunek sumarycznej wagowo zawartości jonów PO_4^{3-} , w przeliczeniu na P_2O_5 , łącznie z jonami NO_3^- do sumarycznej wagowo zawartości wszystkich jonów metalicznych wynosi jak (od 1,8 do 3,9) : (od 1 do 1,5).

Masa jednostkowa powłok otrzymanych z kąpieli według wynalazku metodą natryskową wynosi ok. 2 g/m² natomiast zanurzeniową ok. 10 g/m². Powłoki fosforanowe otrzymywane z kąpieli sporządzonych ze środka według wynalazku mają właściwości antykorozyjne i mechaniczne takie same jak powłoki fosforanowe otrzymywane ze środków do sporządzania kąpieli pracujących w podwyższonych temperaturach, na przykład znanych z opisów patentowych polskich nr 106 475 i 107 496. Kąpiele do fosforanowania pracujące w temperaturach obniżonych w stosunku do temperatur dotychczas stosowanych, oprócz obniżenia kosztów energetycznych przynoszą szereg innych korzyści, jak bardzo dobra stabilność kąpieli w czasie procesu fosforanowania, zmniejszenie zużycia kąpieli do fosforanowania w temperaturach obniżonych w stosunku do kąpieli pracujących w temperaturach wysokich o około 25 %, zmniejszenie ilości szlamu o około 50 %, łatwiejszą konserwację urządzeń pracujących w niższych temperaturach, co związane jest z mniejszym osadzaniem szlamu stanowiącego warstwę izolacyjną na wymiennikach cieplnych i zmniejszenie szybkości rozkładu środków przyspieszających azotanów, azotynów, chloranów, co zmniejsza zużycie tych preparatów i zmniejsza zanieczyszczenie powietrza.

Zaletą środka według wynalazku jest to, że ze sporządzonej z niego kąpieli uzyskuje się przez natryskiwanie nią powierzchni stalowych w czasie 2-3 minut przy temperaturze 25-30°C powłokę fosforanową o masie jednostkowej około 2 g/m², stanowiącą dobre przygotowanie powierzchni pod pokrycia lakierowe nakładane metodą elektroforetyczną lub elektrostacyjną, natomiast przez zanurzenie w niej elementów stalowych w czasie 7-10 minut w temperaturze 60°C powłokę fosforanową o masie jednostkowej około 10 g/m², stanowiącą dobre przygotowanie powierzchni pod pokrycia lakierowe i pod warstwę olejową. Środek według wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania.

P r z y k ł a d I. Do zbiornika o pojemności 1 m^3 wlewa się 85 % kwas fosforowy w ilości 482 kg, kwas azotowy 65 % w ilości 246 kg a następnie rozpuszcza się w tej mieszaninie 200 kg bieli cynkowej i 34 kg węglanu manganu. Całość uzupełnia się wodą do objętości 1 m^3 . Z tak sporządzonego preparatu sporządza się kąpiel fosforanującą, z której otrzymuje się powłoki fosforanowe o żądanych właściwościach metodą natryskową pracującą w temperaturze $25-30^\circ\text{C}$.

P r z y k ł a d II. Do zbiornika o pojemności 50 l wlewa się 17,7 l 75 % kwasu fosforowego, 7,9 l 64 % kwasu azotowego, wlewa się 5 l wody a następnie wysypuje się powoli 9,5 kg tlenku cynku oraz 1,4 kg węglanu manganu. Całość uzupełnia się wodą do 50 l. Z tak sporządzonego preparatu sporządza się kąpiel fosforanującą do fosforanowania metodą natryskową pracującą w temperaturze $25-30^\circ\text{C}$.

P r z y k ł a d III. W zbiorniku o pojemności 1000 l umieszcza się 347 kg 75 % kwasu fosforowego, 146 kg 65 % kwasu azotowego a następnie dodaje się 130 kg tlenku cynku, 17 kg węglanu manganu, 10 kg azotanu niklu i 3 kg azotanu miedzi. Całość uzupełnić wodą do 1000 l. Z tak sporządzonego środka sporządza się kąpiel fosforanującą do fosforanowania metodą zanurzeniową w temperaturze $55-60^\circ\text{C}$.

P r z y k ł a d IV. Do zbiornika o pojemności 200 l wlewa się 47 l 75 % kwasu fosforowego, 25 l 63 % kwasu azotowego, a następnie rozpuszcza się w tej mieszaninie 24 kg tlenku cynku, 3,2 kg węglanu manganu, 19 kg azotanu niklu i 0,01 kg azotanu miedzi. Całość uzupełnia wodą do 200 l. Z tak sporządzonego środka sporządza się kąpiel fosforanującą. W kąpieli sporządzonej ze środka według przykładu IV fosforanowano metodą zanurzeniową przez 10 minut w temperaturze 55°C . Uzyskano powłokę fosforanową o następujących właściwościach: grubość powłoki około $10\text{ }\mu\text{m}$, masa właściwa około 12 g/m^2 .

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Środek do sporządzania kąpieli do fosforanowania natryskowego stanowiący wodny roztwór oparty na podstawie jonów fosforanowych, azotanowych i cynkowych, z n a m i e n n y t y m, że zawiera jonów PO_4^{-3} w przeliczeniu na P_2O_5 290-321 g/l; jonów NO_3^- 136-166 g/l, jonów Zn^{+2} 139-170 g/l i ponadto jonów Mn^{+2} 12-17 g/l, przy czym proporcje wagowe zawartych w roztworze ilości jonów Zn do jonów Mn wynoszą jak (od 9 do 11) i (od 0,8 do 1,1), proporcje wagowe jonów PO_4^{-3} w przeliczeniu na P_2O_5 do jonów NO_3^- wynoszą jak (od 1,9 do 2,1) : (od 0,9 do 1,1) a stosunek sumarycznej wagowo zawartości jonów fosforanowych PO_4^{-3} w przeliczeniu na P_2O_5 łącznie z jonami NO_3^- do sumarycznej wagowo zawartości jonów Zn łącznie z jonami Mn wynosi jak (od 2,3 do 3,3) : (od 0,9 do 1,1).

2. Środek według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że zawiera ponadto jony niklu i jony miedzi, korzystnie w postaci azotanu niklu i azotanu miedzi.

3. Środek do sporządzania kąpieli do fosforanowania zanurzeniowego stanowi wodny roztwór oparty na podstawie jonów fosforanowych, azotanowych i cynkowych, z n a m i e n n y t y m, że zawiera jonów PO_4^{-3} w przeliczeniu na P_2O_5 188-208 g/l, jonów NO_3^- 88-181 g/l, jonów Zn 90-110 g/l a ponadto jonów Mn 8-11 g/l, jonów Ni 0,2-28 g/l, jonów Cu 0,01-2 g/l, przy czym proporcje wagowe zawartych w roztworze jonów Zn do jonów Mn do jonów Ni do jonów Cu wynoszą jak (od 9 do 11) : (od 0,8 do 1,1) : (od 0,02 do 2,8) : (od 0,001 do 0,2), proporcje wagowe zawartych w roztworze ilości jonów PO_4^{-3} w przeliczeniu na P_2O_5 do ilości jonów NO_3^- wynoszą jak (od 1,9 do 2,1) : (od 0,9 do 1,8) a stosunek sumarycznej wagowo zawartości jonów PO_4^{-3} , w przeliczeniu na P_2O_5 , łącznie z jonami NO_3^- do sumarycznej wagowo zawartości wszystkich jonów metalicznych wynosi jak (od 1,8 do 3,9) : (od 1 do 1,5).