



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0922732-6 B1



(22) Data do Depósito: 09/12/2009

(45) Data de Concessão: 10/12/2019

(54) Título: AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO À BASE DE FOSFATO DE TITÂNIO, PROCESSOS PARA PREPARAR UM AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO E PARA FOSFATAR SUPERFÍCIES METÁLICAS, E, USO DE UM AGENTE DE ATIVAÇÃO

(51) Int.Cl.: C23C 22/80.

(30) Prioridade Unionista: 09/12/2008 DE 10 2008 054 407.8.

(73) Titular(es): CHEMETALL GMBH.

(72) Inventor(es): THOMAS KOLBERG; ECKART SCHÖNFELDER; OLAF DAHLENBURG; MANFRED WALTER.

(86) Pedido PCT: PCT EP2009066680 de 09/12/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/066765 de 17/06/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 09/06/2011

(57) Resumo: AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO À BASE DE FOSFATO DE TITÂNIO, PROCESSOS PARA PREPARAR UM AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO E PARA FOSFATAR SUPERFÍCIES METÁLICAS, E, USO DE UM AGENTE DE ATIVAÇÃO A presente invenção refere-se a um processo para fosfatar superfície metálicas, no qual as superfícies metálicas, antes da fosfatação, são tratadas com um agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato e titânio, no qual o agente de ativação contém pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico. A invenção refere-se também aos agentes de ativação correspondentes.

AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO À BASE DE FOSFATO DE TITÂNIO, PROCESSOS PARA PREPARAR UM AGENTE DE ATIVAÇÃO COLOIDAL AQUOSO E PARA FOSFATAR SUPERFÍCIES METÁLICAS, E, USO DE UM AGENTE DE ATIVAÇÃO.

[001] A presente invenção refere-se a um processo para fosfatar superfície metálicas, no qual as superfícies metálicas, antes da fosfatação, são tratadas com um agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato de titânio antes da fosfatação, bem com agentes de ativação correspondentes.

[002] Há muitas décadas, a fosfatação é um processo de pré-tratamento usado em superfícies metálicas para a proteção da corrosão temporariamente limitada ou contínua e muitas vezes também para melhorar a aderência de uma subsequente camada de primer ou laca. Os processos de fosfatação contendo zinco, que são designados como os chamados processos de fosfatação formadores de camada (isto é, formadores de camadas cristalinas bem visíveis), são de excelente qualidade e até hoje só podem ser limitadamente substituídos por processos de pré-tratamento com propriedades de camadas equivalentes. Especialmente fosfatos de zinco-níquel ou zinco-mangânês-níquel são de excelente qualidade e, via de regra, por motivos da proteção contra corrosão e da aderência da laca, são obrigatoriamente necessários em superfícies metálicas ricas em alumínio, ferro ou zinco sob um revestimento orgânico.

[003] Especialmente os processos de fosfatação contendo zinco necessitam, para a formação de um revestimento de alto valor, de uma prévia ativação, na qual a superfície metálica limpa ou purificada é revestida com germes à base de coloide de fosfato e/ou partículas de fosfato, bem como eventualmente com outras substâncias.

[004] Com base na boa ativação, a camada do fosfato cristalino contendo zinco pode ser formado ampla até inteiramente fechado. Além disso, em muitas formas de concretização, é vantajoso que a camada cristalina seja formada de cristais de granulação relativamente fina e/ou essencialmente de cristais moldados de maneira uniforme. Por exemplo, com base em uma boa

ativação, um revestimento de fosfato de zinco-mangânês-níquel apresenta normalmente um peso de camada na faixa de 1,0 a 3,5 g/m² e cristais de fosfato com um tamanho médio do cristal frequentemente menor do que 12 µm observado sob o microscópio eletrônico de exploração. Se, contudo, a ativação deste tipo de fosfatação é eliminada, então a camada de fosfato formada apresenta tipicamente um peso de camada na faixa de 5 a 8 g/m² e cristais de fosfato com um tamanho médio do cristal frequentemente maior do que 30 µm observado sob o microscópio eletrônico de exploração. No último caso, o peso da camada para a aderência da laca para a subsequente camada de primer ou laca é alta demais, visto que em camadas de fosfato espessas demais deve ser esperada uma aderência da laca baixa demais. A consequência dos cristais de fosfato grandes demais são uma menor aderência da laca, uma menor resistência à corrosão, uma menor estabilidade mecânica da camada de fosfato, superfícies desiguais da laca e um consumo nitidamente maior de produtos químicos. A qualidade dessas propriedades decorre muitas vezes de forma estritamente proporcional.

[005] Os agentes de ativação encontrados hoje em dia no comércio, apresentam na fabricação em série, muitas vezes, apenas uma duração de uso de cerca de um dia, até que precisem ser novamente enriquecidos em uma extensão mais forte com uma solução complementar, para continuar sendo ou ser bem operáveis ou até que sejam substituídos por uma nova solução de preparação. No comércio há alguns poucos agentes de ativação, que através da adição de polímero orgânico na fabricação em série, apresentam uma duração de uso de até cerca de quatro ou cinco dias, mas que depois são apenas limitadamente adequados para o trabalho dentro de cinco dias de trabalho. A duração de uso limitada exterioriza-se em primeiro lugar em que as camadas de fosfato formadas na fostação com zinco aumentam durante a semana de trabalho em seu peso de camada, por exemplo, de cerca de 1,3 g/m² para um peso de camada de, por exemplo, 4,5 g/m² e, dessa maneira, também em sua espessura da camada, devido ao agente de ativação que se modifica. Isso está associado, além disso, também a uma deterioração da

resistência à corrosão e à aderência da laca. Fundamentalmente, na maioria das indústrias automobilísticas, são permitidos pesos de camada de cerca de 1,0 até cerca de 3,5 g/m². Contudo, uma redução da aderência da laca e um maior consumo de produtos químicos estão associados a um peso ainda maior de camada.

[006] Por conseguinte, é vantajoso que a alteração da composição de banho do agente de ativação, bem como do peso de camada e das outras propriedades da camada oscilam com menor intensidade durante o tempo de produção. O termo "banho" representa, aqui, o banho de tratamento.

[007] Por conseguinte, há esforços para desenvolver e propor um agente de ativação, que possa ser usado, se possível, acima de cinco dias (= 1 semana de trabalho) e que durante esse período mostre oscilações de propriedades apenas insignificantes (= estabilidade a longo prazo). Se durante o tempo de uso ocorrem apenas pequenas oscilações do peso de camada da camada de fosfato posteriormente preparada e do tamanho médio do cristal de fosfato, a qualidade da ativação é considerada como boa ou mesmo muito boa.

[008] Dependendo da série de testes laboratoriais ou dependendo da instalação no processo de acordo com a invenção, foram determinados valores das alterações e oscilações do peso de camada na faixa de $\pm 0,3$ até o máximo de $\pm 1,0$ g/m² durante uma semana, sendo que os pesos de camada continuam sempre na faixa entre 1,0 e 3,5 g/m². É vantajoso, se durante a duração de aplicação, um agente de ativação causa somente pequenas oscilações de propriedades e alterações das propriedades da camada de fosfato preparada na fosfatação.

[009] Além disso, é vantajoso, se um agente de ativação também pode ser usado durante um tempo mais longo em temperatura mais elevada, portanto, apresenta uma estabilidade térmica maior, isto é, pode ser usado em temperaturas na faixa de 30 a 60 ou eventualmente mesmo na faixa de 30 a 80°C continuamente. Com base em uma tal estabilidade maior à temperatura, todo o processo é menos sensível. Oscilações de temperatura, particularmente

na faixa de temperatura mais elevada, são, então, equilibradas e asseguram uma qualidade invariável da camada de fosfato.

[0010] Pois quando um agente de ativação menos estável à temperatura é usado durante um tempo mais longo acima de seu limite de estabilidade à temperatura, a aglomeração dos coloides é acelerada e, dessa maneira, o efeito de ativação degrada de modo essencialmente mais rápido.

[0011] A US 2008/041498 A1 descreve composições e processos para ativar superfícies metálicas antes da fosfatação com zinco, com ativações à base de fosfato de titânio coloidal e composto de amina. A EP 0.454.211 B1 ensina processos para aplicar revestimentos de fosfato sobre superfícies metálicas através da ativação com um agente de ativação à base de fosfato de titânio e subsequentemente, através de fosfatação com zinco, no qual as superfícies metálicas são ativadas com um banho de agente de ativação, que contém 0,001 a 0,060 g/l de Ti, 0,02 a 1,2 g/l de ortofosfato calculado como P_2O_5 , 0,001 a 0,1 g/l de Cu e compostos de metais alcalinos. A EP 1.930.475 A1 refere-se aos agentes de ativação à base de fosfato bivalente ou trivalente particular com um diâmetro médio da partícula de não mais do que 3 μm , alcóxido metálico e estabilizador, bem como processos para ativar superfícies metálicas antes da fosfatação com zinco.

[0012] Por conseguinte, o objeto consistiu em propor um agente de ativação, cuja duração de uso, com base na estabilidade mais prolongada ou/e maior estabilidade térmica para a fabricação em série, é melhor.

[0013] O objeto é resolvido com um processo para fosfatar superfícies metálicas, no qual as superfícies metálicas, antes da fosfatação, são tratadas com um agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato e titânio, no qual o agente de ativação contém pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico selecionado de alcóxi- e de aminossilanos, especialmente como silano/silanol/siloxano/polissiloxano hidrolisado ou/e condensado, em que o teor total dos compostos de silício

hidrossolúveis com pelo menos um grupo orgânico no agente de ativação está na faixa de 0,0001 a 0,2 g/l, em cada caso calculado como silano ou/e como composto de partida correspondente, contendo silício principalmente presente.

[0014] Preferivelmente, o agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, contém fosfato de titânio, ortofosfato, metal alcalino, bem como eventualmente pelo menos um agente de estabilização ou/e pelo menos um outro aditivo. Este contém preferivelmente pelo menos um silano/silanol/siloxano/polissiloxano hidrogenado ou/e condensado.

[0015] No processo de acordo com a invenção, o agente de ativação pode ser preferivelmente uma solução coloidal ou uma dispersão coloidal ou um agente de ativação pulverizado, sendo que o último é dissolvido e disperso para ser usado em um processo de revestimento. Um agente de ativação pulverizado pode apresentar especialmente um teor de água residual, eventualmente inclusive água de cristalização, entre 0 e cerca de 15% em peso. Nesse caso, preferivelmente pelo menos um composto de silício hidrossolúvel já pode estar contido em um agente de ativação pulverizado e/ou ser acrescentado somente ao dissolver e dispersar o agente de ativação pulverizado em água.

[0016] Um agente de ativação aquoso e muitas vezes também coloidal, tal como o agente de ativação A, pode conter inicialmente, de preferência, um teor de água na faixa de 5 a 90% em peso. Para a produção de um agente de ativação pulverizado, tal como o agente de ativação B, por exemplo, a partir de um agente de ativação A, prefere-se um teor de água inicial de 5 a 30% em peso, para a produção de um agente de ativação aquoso, tal como do agente de ativação D, por exemplo, a partir de um agente de ativação A, prefere-se um teor de água inicial de 20 a 90% em peso.

[0017] O agente de ativação A aquoso e normalmente coloidal é uma mistura aquosa, que pode ser preparada e/ou é preparada, por exemplo,

através da mistura dos respectivos componentes e eventualmente também através de amassamento e eventualmente sob secagem parcial. Por isso, o agente de ativação A coloidal aquoso também pode estar eventualmente presente como pó no final da preparação.

[0018] A um agente de ativação aquoso ou pulverizado, tal como especialmente a um agente de ativação A ou/e F, caso necessário, ainda pode ser acrescentada uma outra substância, também no estado dissolvido ou/e pulverizado, por exemplo, fosfato dipotássico, fosfato dissódico, pirofosfato de potássio, pirofosfato de sódio, tripolifosfato de potássio, tripolifosfato de sódio, pelo menos um outro agente de estabilização ou/e pelo menos um agente, por exemplo, para estabilizar o pH, tal como, por exemplo, pelo menos um carbonato ou/e pelo menos um borato.

[0019] Fundamentalmente, para a produção de um agente de ativação coloidal aquoso, são possíveis diversos processos. Os processos mais importantes são enumerados aqui.

[0020] No processo de acordo com a invenção, em uma variante do processo 1.), um agente de ativação aquoso até úmido (= "aquoso"), tal como o agente de ativação A, pode ser preferivelmente usado, para preparar a partir deste inicialmente um agente de ativação pulverizado especialmente armazenável, tal como o agente de ativação B, por exemplo, através de subsequente secagem, mistura, amassamento ou/e granulação e para depois, caso necessário, antes da aplicação de um agente de ativação C sobre superfícies metálicas, dissolver o agente de ativação B pulverizado e dispersar - especialmente sob agitação, que em seguida, pode ser aplicado sobre superfícies metálicas. O agente de ativação B pulverizado contém normalmente fosfato de titânio coloidal em um estado seco. Além disso, eventualmente pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, em cada caso pelo menos um biocida, agente tensoativo, agente de estabilização ou/e aditivo pode ser eventualmente acrescentado para ajustar o pH, especialmente

na dissolução e dispersão.

[0021] No processo de acordo com a invenção, em uma variante do processo 2.), um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como, por exemplo, o agente de ativação D, pode ser preparado ou é preparado a partir de um agente de ativação aquoso, tal como, por exemplo, do agente de ativação A, acrescentando preferivelmente, por exemplo, pelo menos um agente de estabilização. Um agente de ativação coloidal aquoso especialmente armazenável, tal como, por exemplo, o agente de ativação D, caso necessário, pode ser diluído com água e nesse caso, pode tornar-se o agente de ativação E coloidal aquoso de acordo com a invenção que, em seguida, pode ser aplicado sobre superfícies metálicas. A diluição é efetuada preferivelmente sob agitação. Além disso, eventualmente pode ser acrescentada pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, em cada caso, pelo menos um biocida, agente tensoativo, agente de estabilização ou/e aditivo para ajustar o pH, especialmente na diluição.

[0022] No processo de acordo com a invenção, em uma variante do processo 3.), um agente de ativação F pulverizado pode ser preparado, por exemplo, misturando os componentes individuais e ser especialmente armazenável. Este apresenta preferivelmente um teor de água entre 0 e 8% em peso. A partir deste, então, caso necessário, pode ser preparado um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como, por exemplo, o agente de ativação G, por exemplo, através de dissolução e dispersão em água - especialmente sob agitação que, em seguida, pode ser aplicado sobre superfícies metálicas. Neste caso, é preferível, que os coloides sejam formados preponderante ou inteiramente somente na dissolução e dispersão. Além disso, eventualmente pode ser acrescentada pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, em cada caso, pelo menos um biocida, agente tensoativo, agente de estabilização ou/e aditivo para ajustar o pH, especialmente na dissolução e dispersão.

[0023] No processo de acordo com a invenção, o agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, pode ser preparado a partir de um agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio A) através de um agente de ativação pulverizado (pré-estágio B) e, em seguida, pode ser dissolvido e disperso (agente de ativação C) antes da aplicação sobre as superfícies metálicas ou pode ser preparado a partir de um agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio A) através de um agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio D) e, em seguida, pode ser dissolvido em água (agente de ativação E) antes da aplicação sobre as superfícies metálicas. Alternativamente, o agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, pode ser dissolvido e disperso em água (agente de ativação G) antes da aplicação sobre as superfícies metálicas.

[0024] Os agentes de ativação podem conter preferivelmente pelo menos um agente de estabilização. Um tal agente de estabilização estabiliza especialmente os coloides de fosfato de titânio. Se o agente de ativação coloidal aquoso não contém ou contém muito pouco agente de estabilização, os coloides de fosfato de titânio em alguns agentes de ativação coloidais aquosos ou/e em algumas situações do banho do agente de ativação, podem aglomerar mais facilmente ou/e mais rapidamente e prejudicar especialmente a qualidade de ativação após pouco tempo. A estabilidade e duração de uso são, então, limitadas. Em alguns agentes de ativação coloidais aquosos ou/e em algumas situações do banho do agente de ativação, a adição ou o teor de agente de estabilização para uma estabilidade mais prolongada do banho do agente de ativação é vantajoso ou mesmo necessário. Isso já vale especialmente às vezes para um tempo de permanência e estabilidade de um banho do agente de ativação de mais do que 4 horas.

Tabela 1: Sinopse dos diversos agentes de ativação, seus pré-estágios, seus teores e seu estado:

agente de ativação	preparado a partir de	composto Si	coloides de fosfato de titânio	agente de estabilização	concentração convencional	estado
A	-	opcional	sim*	opcional	maior	aquoso ou

					concentração	úmido
B	A	opcional	seco sim*	opcional	maior concentração	pó
C	A através de B	sim	sim	opcional	banho de tratamento*	aquoso
D	A	opcional	sim	sim	maior concentração	aquoso
E	A através de D	sim	sim	sim	banho de tratamento ⁺	aquoso
F	-	opcional	não	opcional	maior concentração	pó
G	F	sim	sim	opcional	banho de tratamento ⁺	aquoso

* na maioria das vezes ⁺ em vez da concentração de banho convencional, também pode ser um concentrado.

[0025] Nesse caso, os agentes de ativação coloidais aquosos de acordo com a invenção, tais como os agentes de ativação C, E e G, contêm pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico, enquanto um agente de ativação, tal como, por exemplo, os agentes de ativação A, B, D e F em algumas variantes do processo, contêm pelo menos um composto de silício aquoso com pelo menos um grupo orgânico.

[0026] No sentido deste pedido, os termos "coloide(s)" e "coloidal" designam apenas coloides de fosfato de titânio ou teores correspondentes, pois somente estes coloides apresentam um efeito de ativação significativo para uma subsequente fosfatação. O agente de ativação F não contém normalmente quaisquer coloides de fosfato de titânio, visto que para essa finalidade, o agente de ativação pulverizado contém pouca água para formar coloides. Pois o termo "coloide(s)" prevê normalmente a presença de uma quantidade suficiente de pelo menos uma fase líquida, tal como, por exemplo, água.

[0027] Um agente de ativação aquoso, tal como, por exemplo, o agente de ativação A, C, D, E ou/e G contém tipicamente componentes dissolvidos e muitas vezes também coloidais. Suas partículas são tipicamente parcial ou inteiramente "coloidais" nos tamanhos de partículas do termo ademais, convencionalmente utilizado (por exemplo, partículas finamente divididas com tamanhos de partículas de aproximadamente entre 1 e 100 nm ou entre 1 e, por exemplo, 300 nm). Contudo, nesse caso, às vezes elas

também podem apresentar uma pequena proporção de tamanhos de partículas com um tamanho um pouco acima de 1 μm . Os tamanhos de partículas do agente de ativação foram determinados com um Zetasizer Nano ZS da firma Malvern Instruments Ltd. Nesse caso, os valores de pH e condições do agente de ativação a ser medido foram selecionados de maneira tal, que utilizou-se 0,1 g/l de sólidos e substâncias ativas sem outros aditivos no estado de uma solução de banho. Em muitas formas de concretização, a distribuição do tamanho de partícula de um agente de ativação está presente em forma polidispersa, isto é, em uma distribuição do tamanho de partícula bimodal ou multimodal.

[0028] Os agentes de ativação coloidais prontos para o uso de acordo com a invenção, tais como os agentes de ativação C, E e G, estão normalmente presentes na concentração do banho de tratamento de um banho do agente de ativação, isoladamente transitoriamente também em uma concentração um pouco maior, antes da concentração do banho do agente de ativação ser ajustada através de diluição com água. No caso dos agentes de ativação C e G os especialistas falam normalmente de "ativação em pó", enquanto os agentes de ativação E são normalmente designados como "ativação líquida". Um agente de ativação em um pré-estágio do processo de preparação de um agente de ativação, tal como o agente de ativação A, B, D e F, está normalmente presente em maior concentração do que a do banho de tratamento de um banho de ativação. Preferivelmente, eles são altamente concentrados. Eles são normalmente pré-estágios dos agentes de ativação coloidais aquosos de acordo com a invenção, que podem ser usados na concentração do banho de tratamento de um banho do agente de ativação.

[0029] Um agente de ativação pulverizado de acordo com a invenção, tal como o agente de ativação B, está preferivelmente presente como pó, eventualmente como pó granulado. Fundamentalmente, este também pode ser preparado mediante secagem por atomização. Este está ampla ou

completamente seco. Um agente de ativação pulverizado apresenta preferivelmente uma distribuição do tamanho de grão do pó essencialmente na faixa de 1 a 1000 μm , de modo particularmente preferido, na faixa de 10 a 500 μm , no estado amplamente seco determinado através de análise de peneira com peneiras na faixa de cerca de 500 a cerca de 25 μm de largura da malha. Este apresenta preferivelmente um tamanho médio de grão do pó na faixa de 25 a 150 μm , de modo particularmente preferido, na faixa de 40 a 80 μm . Preferivelmente, o agente de ativação pulverizado está presente em uma forma bem escoável. Nesse caso, é vantajoso observar, para que o teor de umidade do pó não seja alto demais. Além disso, é vantajoso se ele se divide bem na mistura em água, na dissolução ou/e na dispersão e se dissolve bem. Em um agente de ativação pulverizado, tal como o agente de ativação B, os coloides estão preferivelmente presentes em forma seca. Ao dissolver um agente de ativação pulverizado, tal como o agente de ativação B, os coloides estão presentes em alta qualidade e normalmente, também em quantidade suficiente.

[0030] Os agentes de ativação coloidais aquosos de acordo com a invenção, tais como, por exemplo, os agentes de ativação C, E ou/e G estão tipicamente presentes em uma solução coloidal ou/e suspensão coloidal. Suas partículas de fosfato de titânio são tipicamente parcial ou completamente coloidais.

[0031] Um agente de ativação A coloidal aquoso distingue-se de um agente de ativação C coloidal aquoso na concentração ou/e no constituinte da fase, bem como eventualmente também na composição química total. O agente de ativação A coloidal aquoso muitas vezes também não contém um teor essencial de agente de estabilização, mas sim, muitas vezes entre os fosfatos, essencialmente ou inteiramente apenas pelo menos um ortofosfato e fosfato de titânio. Muitas vezes este está presente em forma altamente concentrada.

[0032] Surpreendentemente foi demonstrado, que através da adição de pelo menos um agente de estabilização a um agente de ativação aquoso e eventualmente coloidal, tal como ao agente de ativação A, C, D, E ou/e G, ocorre um aumento muito nítido da estabilização e da longevidade do agente de ativação.

[0033] Se um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como especialmente um agente de ativação C, E ou/e G é instável, então é vantajoso ou mesmo necessário acrescentar agentes de estabilização. A estabilidade orienta-se na baixa ou forte tendência dos coloides a aglomerar ou coloides insuficientes. Coloides aglomerados ou insuficientes têm um mal ou nenhum efeito de ativação.

[0034] Um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como o agente de ativação C, que não contém qualquer agente de estabilização, distingue-se de um agente de ativação de um pré-estágio, tal como do agente de ativação A, preferivelmente com base na diluição e normalmente está em um estado um pouco mais estável, pois a aglomeração dos coloides é menor. Um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como o agente de ativação C com pelo menos um agente de estabilização, distingue-se de um agente de ativação de um pré-estágio, tal como o agente de ativação A, especialmente por uma estabilidade nitidamente maior e, com isso, por propriedades ao todo nitidamente melhores do processo de revestimento e do revestimento de fosfato.

[0035] O agente de ativação D coloidal aquoso é muitas vezes um concentrado. Este contém coloides na fase aquosa. Sua estabilidade é normalmente assegurada por pelo menos um agente de estabilização contido.

[0036] Um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como, por exemplo, o agente de ativação E, pode ser preparado a partir de um agente de ativação coloidal aquoso de concentração mais elevada de um pré-estágio, tal como do agente de ativação D, através de

diluição com água e eventualmente através da adição de pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, em cada caso pelo menos um biocida, agente tensoativo, agente de estabilização ou/e aditivo para ajustar o valor de pH.

[0037] Um agente de ativação F pulverizado das substâncias e misturas acrescentadas individualmente pode ser misturado no estado seco ou amplamente seco (normalmente até no máximo 8 ou mesmo até no máximo 15% em peso de teor de água), por exemplo, em um misturador. Nesse caso, pode ser preferivelmente efetuada uma mistura, amassamento ou/e granulação. O teor de água está preferivelmente contido apenas ou quase só como água de cristalização ou/e como umidade residual. Aqui, quase ou nenhum coloide está normalmente presente.

[0038] Um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como o agente de ativação G, pode ser preparado a partir de um agente de ativação pulverizado de um pré-estágio, tal como, do agente de ativação F dissolvendo e dispersando em água, por exemplo, sob agitação e eventualmente acrescentando pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, em cada caso pelo menos um biocida, agente tensoativo, agente de estabilização ou/e aditivo para ajustar o valor de pH.

[0039] Os coloides constituem-se das substâncias contendo fosfato de titânio contidas em contato com água. Em parte, a qualidade da ativação de um agente de ativação G aquoso é um pouco menor do que a do agente de ativação C e E aquoso. Contudo, os custos de preparação do agente de ativação G aquoso são muitas vezes menores e para aplicações simples, a qualidade do agente de ativação do agente de ativação G é normalmente satisfatória.

[0040] Os concentrados e banhos de um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como do agente de ativação C, E e G entre si, apresentam muitas vezes propriedades bem similares ou iguais. As

propriedades das camadas de fosfato após prévia ativação com um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como do agente de ativação C, E ou G aquoso entre si, são muitas vezes bem similares ou são as mesmas. A aptidão e qualidade do banho de ativação pode ser especialmente determinada através do peso da camada, uniformidade visualmente reconhecível da camada de fosfato de zinco, grau de cobertura com a camada de fosfato de zinco, resultados do teste de corrosão ou/e resultados de aderência da laca.

[0041] Preferivelmente, um agente de ativação, tal como o agente de ativação A, B, C, D, E, F ou/e G contém como componente principal ou como um componente essencial, pelo menos um fosfato, tal como, por exemplo, em cada caso pelo menos um fosfato contendo sódio, potássio ou/e titânio, especialmente como componentes principais ortofosfato(s) de sódio ou/e potássio, bem como pelo menos um fosfato contendo titânio.

[0042] Preferivelmente, os fosfatos em um agente de ativação coloidal aquoso, tal como do agente de ativação A, C, D, E ou/e G, estão presentes em forma de fosfato de titânio, fosfato de titanila, fosfato dissódico ou/e fosfato dipotássico. Além disso, um agente de ativação coloidal aquoso, tal como especialmente o agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode apresentar eventualmente também um teor de pelo menos um agente de estabilização, tal como, por exemplo, pirofosfato ou/e tripolifosfato.

[0043] No processo de acordo com a invenção, o teor de fosfato de um agente de ativação aquoso, tal como do agente de ativação A, C, D, E ou/e G calculado como compostos de fosfato, pode estar na faixa de 0,05 a 400 g/l e especialmente na faixa de 0,10 a 280 ou de 0,20 a 200 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, na faixa de 0,5 a 98% em peso e especialmente na faixa de 3 a 90 ou de 10 a 80% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0044] No processo de acordo com a invenção, o teor de fosfato de

um agente de ativação aquoso, tal como do agente de ativação A, C, D, E ou/e G calculado como PO_4 , pode estar preferivelmente na faixa de 0,005 a 300 g/l e especialmente na faixa de 0,010 a 200 ou de 0,020 a 100 g/l ou no caso de um agente de ativação pulverizado, tal como do agente de ativação B ou/e F, na faixa de 0,1 a 80% em peso e especialmente na faixa de 1 a 65 ou de 10 a 50% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0045] No caso da introdução de purificadores com um teor de silicato de um dos banhos precedentes, este teor de silicato e este silicato não pertencem ao termo "composto de silício" no sentido deste pedido.

[0046] Eventualmente em algumas formas de concretização, o pelo menos um silano/silanol/siloxano/polissiloxano ainda não está contido em um pré-estágio do agente de ativação aquoso ou pulverizado, tal como no agente de ativação A, B, D ou F e é acrescentado somente depois, na preparação de um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como dno agente de ativação C, E ou G.

[0047] No processo de acordo com a invenção, o teor total dos compostos de silício hidrossolúveis com pelo menos um grupo orgânico em um pré-estágio do agente de ativação, tal como no agente de ativação A, B, D ou F, pode perfazer o cerca de zero ou em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, preferivelmente 0,0001 a 50 g/l e especialmente 0,001 a 20 g/l, especialmente para o revestimento sobre as superfícies metálicas, pode perfazer 0,001 a 0,2 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, pode perfazer preferivelmente cerca de zero ou 0,001 a 25% em peso e especialmente 0,01 a 5% em peso, em cada caso calculado como silano ou/e como composto de partida correspondente contendo silício principalmente presente (em cada caso para concentrados e banhos).

[0048] O termo "silano" ou "silanos/silanóis/siloxanos/polissiloxanos" no sentido deste pedido, é utilizado aqui para silanos, silanóis, siloxanos,

polissiloxanos e seus produtos de reação ou derivados, que muitas vezes são misturas de "silano". Também é possível acrescentar um polissiloxano. A adição de pelo menos um silano com pelo menos um grupo orgânico é particularmente preferido, sendo usual, falar de "silano", pois muitas vezes não se sabe, se o "silano" comparado é pelo menos um silano, pelo menos um silanol, pelo menos um siloxano, pelo menos um polissiloxano ou qualquer mistura dessas substâncias. Mesmo no caso dos "silanos" propriamente derivados, muitas vezes não é possível determinar ou somente com gasto extraordinariamente elevado, quais substâncias estão presentes em um certo estágio de preparação ou após o armazenamento ou após a adição a uma solução ou suspensão.

[0049] Com base nas reações químicas muitas vezes complexas, que ocorrem aqui e nas análises e operações dispendiosas, na maioria das vezes, os respectivos outros silanos ou outros produtos de reação não podem ser indicados.

[0050] O pelo menos um grupo orgânico do composto de silício hidrossolúvel pode ser, por exemplo, em cada caso independente um do outro, pelo menos um grupo alifático, cicloalifático, heterocíclico ou/e aromático que, em cada caso, independente um do outro, é saturado ou insaturado e que em cada caso, independente um do outro, apresenta pelo menos um ou nenhum grupo funcional. O pelo menos um grupo funcional pode ser especialmente selecionado de grupos aldeído, grupos amido, grupos amino, grupos carbonila, grupos éster, grupos éter, grupos ureia, grupos hidróxido, grupos imido, grupos imino, grupos nitro ou/e grupos oxirano. O pelo menos um composto de silício hidrossolúvel pode apresentar um, dois ou mais do que dois átomos de silício na molécula. Sua molécula pode ser eventualmente ramificada ou/e assumir uma forma bidimensional ou tridimensional.

[0051] No processo de acordo com a invenção, como composto de silício em um agente de ativação, tal como no agente de ativação A, B, D, E,

F ou/e G, preferivelmente pode estar contido pelo menos um silano hidrolisável ou/e pelo menos um silano pelo menos parcialmente hidrolisado. Preferivelmente, pode estar contido pelo menos um mono-silil-silano, pelo menos um bis-silil-silano ou/e pelo menos um tris-silil-silano. Preferivelmente, em cada caso pode estar contido pelo menos um alilsilano, alcoxissilano, aminossilano, silano de anidrido de ácido succínico, cicloalquilsilano, cicloalcoxissilano, epoxissilano, fenilsilano ou/e vinilsilano. Especialmente são preferidos aqueles silanos/silanóis/siloxanos, que apresentam um comprimento de cadeia na faixa de 2 a 5 átomos de carbono e um grupo funcional, sendo que os últimos são adequados para a reação com polímeros. O agente de ativação de acordo com a invenção, pode conter especialmente uma mistura de pelo menos dois silanos, tais como por exemplo, 1.) pelo menos dois amino-silanos, tal como, por exemplo pelo menos um mono-amino-silano e pelo menos um bis-amino-silano tal como, por exemplo, 2.) pelo menos um bis-silil-silano, tal como, por exemplo pelo menos um bis-amino-silano e pelo menos um alcóxi-silano, tal como, por exemplo, pelo menos um trialcóxi-silil-propil-tetrassulfano ou, tal como, por exemplo, 3.) pelo menos um vinilsilano e pelo menos um bis-silil-silano, tal como, por exemplo, pelo menos um bis-amino-silano.

[0052] Preferivelmente, a composição aquosa contém pelo menos um silano selecionado do grupo de

glicidoxialquiltrialcoxissilano,
 metacriloxialquiltrialcoxissilano,
 silano de ácido (trialcoxissilil)alquilsuccínico,
 aminoalquilaminoalquilalquildialcoxissilano,
 (epoxicicloalquil)alquiltrialcoxissilano,
 alfa-aminoalquiliminoalquiltrialcoxissilano,
 bis-(trialcoxissililalquil)amina,
 bis-(trialcoxissilil)etano,

(epoxialquil)trialcoxissilano,
 aminoalquiltrialcoxissilano,
 ureidoalquiltrialcoxissilano,
 N-(trialcoxissililalquil)alquilenodiamina,
 N-(aminoalquil)aminoalquiltrialcoxissilano,
 N-(trialcoxissililalquil)dialquilenotriamina,
 poli(aminoalquil)alquildialcoxissilano,
 tris(trialcoxissilil)alquilisocianurato,
 ureidoalquiltrialcoxissilano e
 acetoxissilano.

[0053] Preferivelmente, a composição aquosa contém pelo menos um silano selecionado do grupo de

3-glicidoxipropiltriethoxissilano,
 3-glicidoxipropiltrimethoxissilano,
 3-metacriloxipropiltriethoxissilano,
 3-metacriloxipropiltrimethoxissilano,
 silano de ácido 3-(triethoxissilil)propilsuccínico,
 alfa-aminoetiliminopropiltrimethoxissilano,
 aminoetilaminopropilmetildietoxissilano,
 aminoetilaminopropilmetildimethoxissilano,
 beta-(3,4-epoxiciclo-hexil)etiltriethoxissilano,
 beta-(3,4-epoxiciclo-hexil)etiltrimethoxissilano,
 beta-(3,4-epoxiciclo-hexil)metiltriethoxissilano,
 beta-(3,4-epoxiciclo-hexil)metiltrimethoxissilano,
 gama-(3,4-epoxiciclo-hexil)propiltriethoxissilano,
 gama-(3,4-epoxiciclo-hexil)propiltrimethoxissilano,
 bis(triethoxissililpropil)amina,
 bis(trimethoxissililpropil)amina,
 (3,4-epoxibutil)triethoxissilano,

(3,4-epoxibutil)trimetoxissilano,
 gama-aminopropiltriethoxissilano,
 gama-aminopropiltrimetoxissilano,
 gama-ureidopropiltrialcoxissilano,
 N-(3-(trimetoxissilil)propil)etilenodiamina,
 N-beta-(aminoetil)-gama-aminopropiltriethoxissilano,
 N-beta-(aminoetil)-gama-aminopropiltrimetoxissilano,
 N-(gama-triethoxissililpropil)dietilenotriamina,
 N-(gama-trimethoxissililpropil)dietilenotriamina,
 N-(gama-triethoxissililpropil)dimetilenotriamina,
 N-(gama-triethoxissililpropil)dimetilenotriamina,
 poli(aminoalquil)etildialcoxissilano,
 poli(aminoalquil)metildialcoxissilano,
 tris(3-(triethoxissilil)propil)isocianurato
 tris(3-(trimethoxissilil)propil)isocianurato e
 viniltriacetoxissilano.

[0054] Compostos de silício particularmente preferidos são bis(3-trimethoxissililpropil)amina, bis(3-triethoxissililpropil)amina, 3-aminopropiltriethoxissilano, bis-(triethoxissilil)etano, fenilaminopropiltrimethoxissilano, anidrido de ácido 3-(triethoxissilil)propilsuccínico, 3-glicidoxipropiltrimethoxissilano e silano triaminofuncional.

[0055] No processo de acordo com a invenção, no agente de ativação está contido como composto de silício preferivelmente, pelo menos um silano/silanol/siloxano parcial ou completamente hidrolisado ou/e eventualmente também silano/silanol/siloxano/polissiloxano condensado.

[0056] No processo de acordo com a invenção, o teor de titânio em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G pode estar preferivelmente na faixa de 0,0001 a 10 g/l e especialmente na

faixa de 0,001 a 5 ou de 0,005 a 1 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e E, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,001 a 10% em peso e especialmente na faixa de 0,005 a 2 ou de 0,01 a 1% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0057] No processo de acordo com a invenção, o teor total de cobalto, cobre ou/e níquel em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,00001 a 0,1 g/l e especialmente na faixa de 0,0005 a 0,05 ou de 0,01 a 0,02 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,0001 a 2% em peso e especialmente na faixa de 0,001 a 0,8 ou de 0,01 a 0,4% em peso (em cada caso para concentrados e banhos). Um teor de cobalto, cobre ou/e níquel pode contribuir para afinar a camada de fosfato e tem ação bactericida.

[0058] No processo de acordo com a invenção, uma relação de peso dos teores de titânio para os compostos de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico (calculado em cada caso como composto de partida contendo silano ou/e silício correspondente) na faixa de (0,3 - 2,6) : 1, comprovou-se como sendo boa, na faixa de (0,2 - 3,0) : 1, como pelo menos satisfatória.

[0059] No processo de acordo com a invenção, o teor total de sódio ou/e potássio em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode estar preferivelmente na faixa de 0,005 a 300 g/l e especialmente na faixa de 0,01 a 200 ou de 0,02 a 100 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, preferivelmente na faixa de 0,1 a 70% em peso e especialmente na faixa de 1 a 60 ou de 10 a 50% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0060] No processo de acordo com a invenção, o agente de ativação

pode conter preferivelmente também um teor, em cada caso, de pelo menos um biocida, agente de umidificação, agente de desendurecimento, agente de complexação, agente sequestrante, agente de estabilização ou/e marcador.

[0061] No processo de acordo com a invenção, o teor total de pelo menos um íon marcador ou/e de pelo menos um composto marcador (marcador com base em sua cor, sua fluorescência ou/e sua capacidade de análise química ou/e física), tal como, por exemplo, à base de lítio, lantaneto(s), ítrio ou/e wolfrâmio, como marcador corante ou/e como marcador fluorescente em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,0001 a 100 g/l e especialmente na faixa de 0,001 a 10 ou de 0,01 a 1 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,001 a 20% em peso e especialmente na faixa de 0,01 a 10 ou de 0,1 a 1% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0062] Além disso, a um/um agente de ativação, tal como ao/o agente de ativação A, B, C, D, E, F ou/e G pode ser eventualmente acrescentado ou/e pode conter também em cada caso pelo menos um agente de desendurecimento (= agentes de ligação de endurecimento de água), tais como, por exemplo, em cada caso pelo menos um ácido dicarboxílico, ácido tricarboxílico, ácido carboxílico superior, ácido policarboxílico, ácido oxidicarboxílico, ácido oxitricarboxílico, ácido oxicarboxílico superior, ácido polioxicarboxílico, ácido fosfônico, ácido difosfônico, ácido trifosfônico, ácido polifosfônico, éster de ácido fosfônico ou/e seus derivados, tais como, por exemplo, ácido hidroxifosfônico ou/e seus derivados. Como ácido fosfônico, por exemplo, o HEDP = ácido (1-hidroxietiliden)-difosfônico é particularmente preferido. Tais compostos servem especialmente como agentes de complexação ou/e como agentes sequestrantes. No processo de acordo com a invenção, o teor de agentes de desendurecimento em um agente

de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G pode ser preferivelmente zero ou estar na faixa de 0,0001 a 50 g/l e especialmente 0,001 a 20 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,001 a 25% em peso e especialmente de 0,01 a 5% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0063] Além disso, um agente de ativação, tal como o agente de ativação A, B, C, D, E, F ou/e G pode conter eventualmente também em cada caso pelo menos uma adição de pelo menos um agente de estabilização. Um tal agente de estabilização estabiliza os coloides de fosfato de titânio. O agente de estabilização pode conter ou ser pelo menos uma substância, tal como, por exemplo, pelo menos uma à base de respectivamente pelo menos um polímero orgânico, copolímero orgânico, pirofosfato, tripolifosfato ou/e fosfonato. Preferivelmente, o agente de ativação contém como agente de estabilização especialmente em cada caso pelo menos um polissacarídeo anionicamente modificado, copolímero orgânico hidrossolúvel, tal como, por exemplo, especialmente um à base de acrilato, etileno ou/e polieletrólito, ácido carboxílico, ácido fosfônico, ácido difosfônico, ácido trifosfônico, ácido polifosfônico, polieletrólito ou/e seus derivados, tais como, por exemplo, éster de ácido carboxílico, éster de ácido fosfônico ou/e seus derivados. Nesse caso, a estabilização é efetuada através da estabilização eletrostática ou/e estérica. Embora ortofosfatos muitas vezes também mostrem um certo, mas não um alto efeito estabilizador, no sentido desse pedido eles não são designados como agentes de estabilização.

[0064] No processo de acordo com a invenção, o teor de agentes de estabilização em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,0001 a 300 g/l e especialmente de 1 a 200 g/ ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, ser

preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,001 a 80% em peso e especialmente de 1 a 60% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0065] No processo de acordo com a invenção, um agente de ativação aquoso, tal como um agente de ativação A, C, D, E ou/e G pode conter preferivelmente também um teor de uma mistura purificadora, de pelo menos um agente tensoativo ou/e de pelo menos um hidrótropo, tal como, por exemplo, de respectivamente um alcanossulfato, alcanossulfonato ou/e glicol ou ser acrescentada ao agente de ativação. Como agentes tensoativos incluem-se fundamentalmente todos os agentes tensoativos anfóteros, não iônicos, aniônicos e catiônicos. No processo de acordo com a invenção, o teor de respectivamente pelo menos uma mistura purificadora, agente tensoativo ou/e hidrótropo em um agente de ativação, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G, pode ser cerca de zero ou estar na faixa de 0,001 a 100 g/l e especialmente na faixa de 0,005 a 50 ou de 0,01 a 10 g/l ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,01 a 99% em peso e especialmente na faixa de 0,05 a 90 ou de 0,1 a 80% em peso (em cada caso para concentrados, banhos e para agentes de purificação ativadores).

[0066] Além disso, as mais diferentes substâncias podem ser usadas para ajustar o valor de pH ou/e para tamponar o sistema químico, preferivelmente pelo menos um borato ou/e pelo menos um carbonato. Particularmente preferidos são compostos de metal alcalino, tal como, por exemplo, pelo menos um borato de metal alcalino ou /e pelo menos um carbonato de metal alcalino. Nesse caso, o teor desses compostos pode oscilar em amplos limites. Ele é preferivelmente ou cerca de zero ou perfaz frequentemente em 0,1 a 200 g/l ou preferivelmente 1 a 100 g/l em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G ou em um agente de ativação pulverizado, tal como no agente de ativação B ou/e F, é

preferivelmente cerca de zero ou perfaz 0,01 a 95% em peso e especialmente 0,1 a 90 ou 1 a 80% e peso (em cada caso para concentrados, banhos e para agentes de purificação ativadores).

[0067] No processo de acordo com a invenção, o agente de ativação pode conter preferivelmente também um teor de pelo menos um biocida. No processo de acordo com a invenção, o teor de biocida(s) em um agente de ativação, tal como no agente de ativação A, B, C, D, E, F ou/e G pode perfazer preferivelmente cerca de zero ou está na faixa de 0,0001 a 2 g/l e especialmente na faixa de 0,005 a 0,3 ou de 0,01 a 0,05 g/l ou em um agente de ativação, tal como no agente de ativação B, pode ser preferivelmente cerca de zero ou estar na faixa de 0,01 a 10% em peso e especialmente na faixa de 0,05 a 2 ou de 0,1 a 1,5% em peso (em cada caso para concentrados e banhos).

[0068] Preferivelmente, o valor de pH em um agente de ativação aquoso, tal como no agente de ativação A, C, D, E ou/e G está na faixa de 7 a 13, de modo particularmente preferido, na faixa de 8 a 12 ou 8,5 a 11. Em algumas formas de concretização, o valor de pH também pode ser menor do que 7, caso não ocorram precipitações perturbadoras no banho do agente de ativação ou também pode ser maior do que 13, caso esse banho não ataque demais as peças da instalação.

[0069] No processo de acordo com a invenção, um agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a invenção, tal como o agente de ativação C, E ou/e G, pode ser aplicado sobre as superfícies metálicas preferivelmente a uma temperatura na faixa de 10 a 80°C, de modo particularmente preferido, na faixa de 15 a 60 ou de 20 a 50°C.

[0070] No processo de acordo com a invenção, o agente de ativação de acordo com a invenção, pode ser aplicado sobre as superfícies metálicas, preferivelmente através de flutuação, fluxo, pulverização, imersão ou/e laminação e eventualmente espremeção. Na maioria das formas de

concretização, o agente de ativação é aplicado através de pulverização ou imersão.

[0071] No processo de acordo com a invenção, as superfícies metálicas podem ser preferivelmente purificadas, desengorduradas ou/e mordentadas antes da ativação e, em seguida ou/e intermediariamente, eventualmente enxaguadas com água. Em muitas formas de concretização é necessário, após uma purificação, desengorduramento ou/e mordentação, enxaguar subsequentemente com água.

[0072] No processo de acordo com a invenção, as superfícies metálicas podem ser preferivelmente enxaguadas com água após a ativação e antes da fosfatação. Em muitas formas de concretização, esse enxágue é opcional.

[0073] No processo de acordo com a invenção, as superfícies metálicas, preferivelmente após a ativação, podem ser fosfatadas, pós-enxaguadas ou/e providas de pelo menos um revestimento orgânico, tal como, por exemplo, de pelo menos um primer, pelo menos uma laca, de pelo menos um carreador adesivo ou/e pelo menos um adesivo. Aqui, em cada caso, conforme necessário, depois de aplicar um revestimento, é possível secar, enxaguar ou enxaguar e depois secar.

[0074] O peso da camada da camada de fosfato de zinco produzida provou-se nos testes como bom em valores de 1,5 - 3 g/m², como satisfatório em valores de > 3 - 4 g/m² e na maioria como satisfatório em valores entre cerca de 1 e 1,5 bem como entre 4 e 4,5 g/m². Contudo, o peso da camada não é o único critério para avaliar a qualidade de um banho de agente de ativação. Muito mais, neste caso, é possível usar também a uniformidade visualmente reconhecível da camada de fosfato de zinco, o grau de cobertura com a camada de fosfato de zinco, os resultados do teste de corrosão ou/e os resultados do teste de aderência da laca. Além disso, os agentes de ativação, de acordo com a invenção, provaram-se normalmente, então, como bons, se

seu efeito ativador durante pelo menos 120 horas evidenciou-se como bom ou muito bom, o que é especialmente mensurável no peso da camada. Um efeito ativador bom até satisfatório pôde ser obtido em banhos de agentes de ativação de acordo com a invenção, mesmo acima de mais de 300 horas. Pois quando o efeito ativador diminui, isso pode ser visto especialmente no aumento do peso da camada da camada de fosfato de zinco para valores superiores a 3,5 g/m² e no grau de cobertura macroscopicamente reconhecível com camada de fosfato de zinco ou em partes de brilho metálico ou em locais com pontos de ferrugem.

[0075] Como superfícies, podem ser fundamentalmente usadas superfícies de todos os tipos de materiais - eventualmente também de vários materiais diferentes adjacentes ou/e sucessivos no processo - especialmente todos os tipos de materiais metálicos. Fundamentalmente, entre os materiais metálicos, são possíveis todos os tipos de materiais metálicos, especialmente aqueles de alumínio, ferro, cobre, titânio, zinco, estanho ou/e ligas com um teor de alumínio, ferro, aço, cobre, magnésio, níquel, titânio, zinco ou/e estanho, sendo que seu emprego também pode ser efetuado de forma adjacente ou/e sucessiva. As superfícies dos materiais podem ser e/ou são eventualmente também pré-revestidos, por exemplo, com zinco ou com uma liga contendo alumínio ou/e zinco.

[0076] Além disso, o objeto é resolvido com um agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato de titânio e pelo menos um outro fosfato não contendo titânio, para o tratamento de superfícies metálicas antes de uma fosfatação, no qual o agente de ativação contém pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico selecionado alcóxi- e de aminossilanos, especialmente de silano/silanol/siloxano/polissiloxano hidrolisado ou/e condensado, em que o teor total dos compostos de silício hidrossolúveis com pelo menos um grupo orgânico no agente de ativação, está na faixa de 0,0001 a 0,2 g/l, em cada caso calculado como silano ou/e como

composto de partida correspondente contendo principalmente silício presente.

[0077] Além disso, o objeto é resolvido com um agente de ativação A coloidal aquoso, que foi preparado essencialmente através de mistura, amassamento ou/e granulação dos componentes ou

com um agente de ativação C coloidal aquoso, que foi preparado a partir de um agente de ativação A coloidal aquoso através de um agente de ativação B pulverizado e no qual o agente de ativação B pulverizado foi dissolvido e disperso, em seguida, para a aplicação em água ou

com um agente de ativação E coloidal aquoso, que foi preparado a partir de um agente de ativação A coloidal aquoso através de um agente de ativação D coloidal aquoso e no qual o agente de ativação E aquoso foi preparado através de diluição com água ou

com um agente de ativação G coloidal aquoso, que foi preparado a partir de um agente de ativação F pulverizado, em que o agente de ativação F pulverizado foi preparado essencialmente através de mistura, amassamento ou/e granulação dos componentes e em que o agente de ativação G coloidal aquoso foi preparado a partir deste através de dissolução e dispersão em água,

sendo que o termo "coloidal" refere-se apenas aos coloides de fosfato de titânio, sendo que o agente de ativação coloidal contém fosfato de titânio e pelo menos um outro fosfato não contendo titânio e na concentração para um banho de tratamento, serve para o tratamento de superfícies metálicas antes de uma fosfatação, no qual o agente de ativação coloidal também contém pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico selecionado alcóxi- e de aminossilanos, especialmente de silano/silanol/siloxano/polissiloxano hidrolisado ou/e condensado, em que o teor total dos compostos de silício hidrossolúveis com pelo menos um grupo orgânico no agente de ativação, está na faixa de 0,0001 a 0,2 g/l, em cada

caso calculado como silano ou/e como composto de partida correspondente contendo principalmente silício presente.

[0078] Ademais, o agente de ativação pode apresentar preferivelmente uma composição que corresponde a uma das reivindicações do processo, especialmente pelo menos um agente de estabilização.

[0079] Com o agente de ativação aquoso ou pulverizado de acordo com a invenção, inicialmente é surpreendentemente possível, de acordo com o conhecimento do requerente, obter tempos de permanência de banho, que são bem empregáveis por mais de 120 horas sem ou quase sem adição de concentrados ou/e de agentes complementares. Nesse caso, ou não se acrescenta qualquer aditivo ou, no máximo, o aditivo de concentrados ou/e de agentes complementares até a altura do baixo volume de banho descarregado durante o tempo de utilização do banho e, nesse caso, obtém-se um baixo peso de camada quase constante na faixa de, por exemplo, 1,0 a 3,5 g/m².

[0080] Além disso, o agente de ativação de acordo com a invenção, também pode ser preferivelmente acrescentado a um agente de purificação e usado em um agente de purificação. Por esse meio, é possível purificar e ativar em um estágio e economizar pelo menos um banho. Isso é particularmente vantajoso para etapas de preparação simples sem exigências muito altas à qualidade.

[0081] Os objetos metálicos ativados e fosfatados pelo processo de acordo com a invenção, bem como eventualmente também ainda mais revestidos, podem ser especialmente usados na indústria automobilística, indústria de acessórios de automóveis e indústria de aço, bem como na engenharia civil e na construção de equipamentos. Os substratos revestidos pelo processo de acordo com a invenção, podem ser usados principalmente como arame, rede de arame, cinta, chapa, perfil, revestimento, peça de um veículo ou míssil, elemento para um aparelho doméstico, elemento na engenharia civil, armação, elemento de um separador lateral, de um corpo de

aquecimento ou de cerca, peça moldada de geometria complicada ou peça pequena, tal como, por exemplo, parafuso, porca, flange ou mola.

[0082] Com o processo de acordo com a invenção, foi possível melhorar ainda mais o tempo de permanência do banho, a estabilidade do banho, tamanho do cristal, resistência em temperatura de operação elevada e a proteção contra corrosão.

[0083] Foi surpreendente que a duração de operação do agente de ativação com base na adição de uma quantidade muito pequena de pelo menos um composto de silício pôde ser aumentada, em parte, aproximadamente em torno do fator 5 até 10 também sem complementar o agente de ativação.

[0084] Foi surpreendente, também, que a estabilidade térmica (= resistência em uma temperatura de operação do agente de ativação acima de 50°C) pôde ser nitidamente melhorada.

[0085] Além disso, foi surpreendente que não ocorreu somente um efeito estabilizador para o peso da camada, mas sim também um efeito aperfeiçoador para o refinamento dos tamanhos dos grãos de cristais de fosfato por muito tempo, pois muitas vezes o nível de tamanho do grão ajustou-se para tamanhos de cristais médios na faixa de 3 a 10 µm observados sob o microscópio eletrônico de exploração.

[0086] Além disso, foi surpreendente que através da introdução das medidas de acordo com a invenção, a qualidade da camada de fosfato separada não piorou, mas sim foi possível manter a qualidade uniforme a longo prazo. Além disso, o peso da camada da camada de fosfato permaneceu tão constante quanto possível durante todo o período de produção, pois foi possível reduzir as oscilações de peso da camada em um teste de laboratório durante 5 dias de trabalho mesmo de originalmente +/- 0,1 até +/- 3,0 g/m² em um banho do agente de ativação convencional para +/- 0,1 até +/- 1,0 g/m² em um banho do agente de ativação de acordo com a invenção.

Exemplos e exemplos comparativos:

[0087] O objeto da invenção é detalhadamente esclarecido com base em exemplos de concretização. Os exemplos foram efetuados usando os substratos, estágios do processo, substâncias e misturas listados a seguir:

[0088] As chapas de teste consistiram em aço laminado a frio (CRS) com uma espessura de 1,2 mm ou de aço bilateralmente zincado com um revestimento de uma zincagem de imersão por fusão (HDG) ou de uma zincagem eletrolítica (EG) com uma espessura, em cada caso, de cerca de 7 μm de cada lado. A área dos substratos importou medidas nas duas áreas em cerca de 400 cm^2 .

a) As superfícies dos substratos são purificadas em uma solução a 2,5% de um purificador alcalino por 10 minutos a 60°C e, nesse caso, profundamente desengorduradas.

b) Segue um enxágue com água canalizada durante 0,5 minutos à temperatura ambiente.

c) Depois, as superfícies foram ativadas através da imersão em um agente de ativação contendo fosfato de titânio coloidal, por 0,5 minutos à temperatura ambiente. Os agentes de ativação são mostrados na tabela 2. Os agentes de ativação A foram preparados através de mistura, adição com água e eventualmente amassamento a temperatura elevada. Os agentes de ativação B foram preparados a partir do agente de ativação A com adição de vários aditivos no estado sólido e através de mistura. Os agentes de ativação C foram preparados a partir dos agentes de ativação B através de mistura com água, agente(s) de estabilização, silano e eventualmente um aditivo para ajustar o valor de pH bem como através de agitação. Nesse caso, foi efetuada uma dispersão e dissolução em água. Os agentes de ativação D foram preparados a partir dos agentes de ativação A contendo mais água que já continham adicionalmente um primeiro agente de estabilização, através da adição de água, agente(s) de estabilização, eventualmente silano e eventualmente um aditivo, sob agitação. Os agentes de ativação E foram preparados a partir dos

agentes de ativação D através da adição de água, agente de estabilização e eventualmente silano, bem como através de agitação. Não resultaram diferenças no comportamento do agente de ativação E, se o silano já foi acrescentado ao agente de ativação D ou primeiramente ao agente de ativação E.

d) Depois, as superfícies foram fosfatadas com zinco por 3 minutos a 55°C através de imersão em uma solução de fosfatação. As soluções de fosfatação usadas são caracterizadas a seguir.

e) Em seguida, enxaguou-se inicialmente com água canalizada e depois com água totalmente dessalinizada.

f) Depois os substratos revestidos foram secos na estufa de secagem a 100°C por 10 minutos.

g) Finalmente, as chapas de teste secas foram providas com uma laca de imersão catódica e revestidas com as outras camadas de um sistema de laqueamento convencional na indústria automobilística para carrocerias (sistema de camada e lacas de acordo com a Daimler AG em prata lua).

[0089] A composição dos respectivos agentes de ativação ou os resultados dos testes são listados nas tabelas 2 ou 3.

[0090] Cada silano, que foi acrescentado ao agente de ativação, foi previamente parcial ou completamente hidrolisado ou/e condensado. Nesse caso, o valor de pH da solução aquosa ou eventualmente ajustado.

[0091] Tipos de silano em cada caso com pelo menos um grupo orgânico:

- 1 alcoxissilano A
- 2 alcoxissilano B
- 3 alcoxissilano C
- 4 alcoxissilano D
- 5 fenilsilano
- 6 silano de ácido succínico

7 silano triaminofuncional

8 epoxissilano.

[0092] Como agentes de estabilização nos agentes de ativação, foram usados pirofosfato(s), tripolifosfato(s), espessantes ou/e pelo menos uma das substâncias aditivas nº 9 até 11.

[0093] Substância aditiva nº:

9 ácido 1-hidroxietilen(1,1-difosfônico)

10 ácido silícico amorfo

11 copolímero de ácido carboxílico.

[0094] A estabilidade à temperatura é indicada nas tabelas de maneira tal, que os valores de peso da camada da camada de fosfato de zinco produzida posteriormente nos testes a uma temperatura de banho do agente de ativação de, por exemplo, 40°C, não ultrapassaram a faixa de valor de 1,5 - 3 g/m², sendo que o respectivo tempo de permanência do banho entrou na avaliação. O peso de camada foi determinado com um gardômetro.

[0095] Além disso, em uma amostra de um agente de ativação A quase não contendo mais água, determinou-se radiograficamente, que primariamente o NH_2HPO_4 , $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e pequenas quantidades de TiOSO_4 estão presentes como substâncias cristalinas. Nesse caso, o fosfato de titânio não foi comprovado por difractometria de pó.

[0096] O tamanho médio do cristal foi avaliado grosseiramente na observação sob o microscópio eletrônico de exploração (REM) ou em imagens REM aumentadas de forma adequada.

Tabelas 2: agentes de ativação usados

Teores em g/l	Composições de acordo com a invenção										
	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9		
mistura do agente de ativação	0	1	2	3	4	8	11	12	13		
tipo de agente de ativação	C	C	C	C	C	C	C	C	C		
Ti	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065		
PO ₄	0,68	0,45	0,66	0,66	0,62	1,33	1,20	1,10	0,93		
P ₂ O ₅	0,51	0,33	0,48	0,48	0,46	0,98	0,88	0,78	0,68		
Na ⁺	0,31	0,22	0,31	0,31	0,30	0,64	0,66	0,68	0,66		
CO ₃ ²⁻	-	-	-	-	-	-	0,11	0,22	0,36		
SO ₄ ²⁻	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016		
tipo de silano	1	1	1	1	1	1	1	1	1		
teor de silano	0,015	0,0075	0,075	0,0075	0,075	0,0075	0,075	0,0075	0,075		
teor de pirofosfato	não	não	não	não	não	não	não	não	não		
teor de tripolifosfato	sim	não	não	não	não	não	não	não	não		
substância aditiva n°	-	-	-	9	9	-	-	-	-		
teor	-	-	-	0,010	0,050	-	-	-	-		
valor de pH	9,0	9,4	9,8	9,8	9,8	9,9	9,7	9,7	9,5		
estabilidade durante horas	144	144	144	144	144	144	144	144	144		
estabilidade a longo prazo: qualidade	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa		
estabilidade à temperatura: °C	40	40	40	40	40	40	40	40	40		
estabilidade à temperatura: qualidade	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa		

Teores em g/l	Composições de acordo com a invenção									
	B10	VB11	VB12	VB13	VB14	VB15	VB16	VB17	VB18	
mistura de agente de ativação	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
Ti	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065
PO ₄ ³⁻	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45
P ₂ O ₅	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33	0,33
Na ⁺	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22
SO ₄ ²⁻	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016
tipo de silano	3	4	5	6	7	8	1	1	1	1
Teor de silano	0,007	0,07	0,017	0,030	0,025	0,008	0,0075	0,0075	0,0075	0,0075
teor de pirofosfato	não	não	não	não	não	não	não	não	não	não
teor de tripolifosfato	não	não	não	não	não	não	não	não	não	não
valor de pH	9,9	9,8	10,3	10,3	10,3	9,7	10,5	10,4	10,2	10,2
estabilidade durante horas	48	24	24	24	48	24	144	144	144	144
estabilidade a longo prazo: qualidade	média	má	má	má	média	má	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa
estabilidade à temperatura: °C	40	40	40	40	40	40	25	30	50	50
estabilidade à temperatura: qualidade	média	má	má	má	média	má	muito boa	muito boa	muito boa	muito boa*

* leve aumento da camada

Teores em g/l	Composições de acordo com a invenção											
	B19	B20	B21	B22	B23	B24	B25	B26	B27			
mistura do agente de ativação	1	1	8	9	11	12	13	13a	13			
tipo de agente de ativação	C	C	C	C	C	C	C	C	C			
Ti	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065			
PO ₄ ³⁻	0,45	0,45	1,33	1,34	1,20	1,10	0,93	0,66	0,93			
P ₂ O ₅	0,33	0,33	0,98	0,9858	0,88	0,78	0,68	0,48	0,68			
Na ⁺	0,22	0,22	0,64	0,63	0,66	0,68	0,66	0,31	0,66			
CO ₃ ¹⁻	-	-	-	-	0,11	0,22	0,36	-	0,36			
SO ₄ ²⁻	0,016	-	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016	0,016			
tipo de silano	1	1	1	1	1	1	1	2	2			
teor de silano	0,075	0,038	0,015	0,015	0,03	0,03	0,015	0,0075	0,027			
teor de pirofosfato	não	não	não	não	não	não	não	não	não			
teor de tripolifosfato	não	não	não	não	não	não	não	não	não			
valor de pH	10,1	9,4	9,7	9,8	10	9,8	9,5	9,6	9,6			
estabilidade durante horas	144	48	144	144	72	72	144	144	72			
estabilidade a longo prazo: qualidade	média**	média	muito boa	muito boa	boa	boa	muito boa	muito boa	boa			
estabilidade à temperatura: °C	60	40	40	40	40	40	40	40	40			
estabilidade à temperatura: qualidade	média**	média	muito boa	muito boa	boa	boa	muito boa	muito boa	boa			

** nítido aumento do peso de camada

Teores em g/	Composições de acordo com a invenção					
	B28	B29	B30	B31	B32	
mistura do agente de ativação 14	15	16	17	18		
tipo de agente de ativação	E	E	E	E	G	
Ti	0,0095	0,0030	0,0030	0,0031	0,0103	
PO ₄	0,53	0,73	0,73	0,72	0,81	
P ₂ O ₅	0,39	0,52	0,53	0,54	0,60	
Na ⁺	0,270	0,089	0,089	0,090	0,30	
K ⁺	-	0,45	0,46	0,46	-	
Ca ²⁺	0,023	0,0078	0,0080	0,0080	-	
Cu	-	0,0030	-	-	-	
NO ₃ ¹⁻	0,075	0,024	0,024	0,024	-	
F ¹⁻	0,022	0,007	0,007	0,007	-	
SO ₄ ²⁻	-	-	-	-	0,024	
tipo de silano	1	1	1	1	1	
teor de silano	0,0075	0,0075	0,015	0,0075	0,0075	
espessante	0,015	0,015	0,015	0,015	-	
substância aditiva n°	11	11	11	11	-	
teor	0,046	0,046	0,046	0,003	-	
pirofosfato	não	sim	sim	sim	não	
tripolifosfato	não	não	não	não	sim	
valor de pH	9,8	9,8	9,8	10,1	9,8	
estabilidade durante horas	72	144	144	144	24	
estabilidade a longo prazo: qualidade	boa	muito boa	muito boa	muito boa	má	
estabilidade à temperatura: °C	40	40	40	40	40	
estabilidade à temperatura: qualidade	boa	muito boa	muito boa	muito boa	má	

Teores em g/l	Composições com parativas									
	VB 1	VB2	VB3	VB4	VB5	VB6	VB7			
mistura de agente de ativação	0	17	I	I	I	I	18			
tipo de agente de ativação	C	E	C	C	C	C	G			
Ti	0,0065	0,0031	0,0065	0,0065	0,0065	0,0065	0,0103			
PO ₄	0,68	0,72	0,45	0,45	0,45	0,45	0,81			
P ₂ O ₅	0,51	0,54	0,33	0,33	0,33	0,33	0,60			
Na ⁺	0,31	0,09	0,22	0,22	0,22	0,22	0,30			
K ⁺	-	0,046	-	-	-	-	-			
Ca ²⁺	-	0,008	-	-	-	-	-			
Cu	-	-	-	-	-	-	-			
NO ₃ ¹⁻	-	0,024	-	-	-	-	-			
F ¹⁻	-	0,007	-	-	-	-	-			
SO ₄ ²⁻	0,016	-	0,016	0,016	0,016	0,016	0,024			
tipo de silano	-	-	-	-	-	-	-			
teor de silano	-	-	-	-	-	-	-			
espessante	-	-	-	-	-	-	-			
substância aditiva n°	-	0,015	-	-	-	-	-			
teor	-	11	-	9	10	11	-			
pirofosfato	não	0,003	-	0,050	0,006	0,050	-			
tripolifosfato	sim	sim	não	não	não	não	não			
valor de pH	9,0	9,8	9,4	9,1	9,1	9,1	9,8			
estabilidade durante ... horas	24	48	24	48	24	48	24			
estabilidade a longo prazo: qualidade	má	média	má	média	má	média	má			
estabilidade à temperatura: °C	40	40	40	40	40	40	40			
estabilidade à temperatura: qualidade	má	média	má	média	má	média	má			

[0097] Os exemplos B 1 até B 10, B14 e B16 a B27, de acordo com a invenção, bem como os exemplos comparativos VB11 a VB13 e VB15 referem-se às chamadas ativações em pó em B 28 até B 31, às chamadas ativações líquidas. Para os testes para o revestimento de fosfato, as soluções de fosfatação I a V foram usadas na imersão. Elas continham, como acelerador, além de nitrato, principalmente nitrito, nitroguanidina ou peróxido de hidrogênio. Como cátions elas continham, além de íons de metais alcalinos, íons de ferro e os cátions removidos por mordentação das superfícies, essencialmente apenas zinco, manganês e níquel, tal como nas soluções de fosfatação de zinco inferior típicas. Como ânions, elas continham parcialmente hexafluoreto de silício e pequenas quantidades de fluoreto livre. A aplicação dos agentes de fosfatação I a V foi efetuada por imersão. Seus valores do ácido livre FS encontravam-se aproximadamente na faixa de 1,4 a 1,7, seus valores do ácido total GS encontravam-se aproximadamente na faixa de 22 a 28, seus valores de ácido total Fischer GSF encontravam-se aproximadamente na faixa de 15 a 20 e seus valores S como proporção de FS para GSF encontravam-se aproximadamente na faixa de 0,07 a 0,10. O peso de camada foi determinado gravimetricamente através de pesagem antes e após a separação da camada de fosfato, sendo que a separação foi efetuada em ligas de alumínio com ácido nítrico, em aço e superfícies ricas em zinco com solução de dicromato de amônio. Os vários agentes de fosfatação agiram todos de forma semelhante e semelhantemente boa, mas as formas cristalinas e os tamanhos dos cristais dos cristais de fosfato variaram nitidamente nesse caso. Resultaram camadas de fosfato sempre boas ou mesmo muito boas.

Tabela 3: Revestimentos e resultados de testes em revestimentos com o uso das soluções de fosfatação na ativação e fosfatação, em cada caso, durante 5 dias

	B 1	B 2	B 3	B 4	B 5	B 6	B 7	B 8	B 9
tipo de chapas	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS
tipo do agente de ativação	C	C	C	C	C	C	C	C	C
agente de ativação n°	17	1	2	3	4	8	11	12	13
peso da camada g/m² inicial	1,7	1,7	1,5	1,5	1,5	1,8	1,6	1,3	1,7
peso da camada g/m² final	2,0	2,0	1,8	1,5	1,6	2	1,5	1,7	1,7
grau de cobertura visual em %	100	100	100	100	100	100	100	100	100
aparência	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme
tamanho médio do cristal µm inicial	<5	5	5	5	5	5	5	<5	5
tamanho médio do cristal µm final	<5	5	5	5	5	5-10	5	<5	5
testes de corrosão:									
teste de nebulização salina DIN EN ISO 9227 durante 1008 horas	U < 1	-	U < 1	U < 1	-	-	-	-	U < 1
teste de mudança climática VDA 621-415 durante 10 voltas	1,7	-	1,5	1	-	-	-	-	1,9
teste CASS DIN EN ISO 9227 CASS	<1	-	<1	<1	-	-	-	-	<1
teste filiforme DIN EN 3665	0,6-0,8 1,8-3,2	-	0,5-0,7 3,0-4,5	0,3-0,5 2,8-3,8	-	-	-	-	0,9-1,3 2,5-3,8
brida de acordo com a DIN EN ISO 20567-1 após 10 voltas VDA	1,5	-	1,5	2	-	-	-	-	1,5
teste de aderência de laca:									
corte de grade de acordo com BMW GS 90011	1	-	1	1	-	-	-	-	1

tipo de chapas	B 10	VB 11	VB 12	VB 13	B 14	VB 15	B 16	B 17	B 18
tipo do agente de ativação	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS
agente de ativação nº	C	C	C	C	C	C	C	C	C
peso da camada g/m² inicial	1	1	1	1	1	1	1	1	1
peso da camada g/m² final	2,5	3,5	4,1	4,4	2,5	5,3	2,5	5	3
grau de cobertura visual	5,5	>5,5	>7	>7	3	>7	3,8	5	4,4
aparência	100	80	70	80	100	70	100	70	100
tamanho médio do cristal µm inicial	uniforme	-	-	-	uniforme	-	uniforme	-	uniforme
tamanho médio do cristal µm final	5	15	25	25	5-10	25	15	60	20
	60	40	>60	>60	10-15	>60	20	60	25-30

tipo de chapas	B 19	B 20	B 21	B 22	B 23	B 24	B 25	B 26	B 27
tipo do agente de ativação	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS
agente de ativação nº	C	C	C	C	C	C	C	C	C
peso da camada g/m² inicial	1	1	8	9	11	12	13	13a	13
peso da camada g/m² final	2,2	2,1	2	3	1,8	2,0	1,4	1,4	1,7
grau de cobertura visual em %	1,8	1,6	3,1	4,7	1,7	2,2	4,5	4,4	1,6
aparência	100	100	100	100	100	100	100	100	100
tamanho médio do cristal µm inicial	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme
tamanho médio do cristal µm final	5	5	5	10-15	<5	<5	<5	<5	<5
testes de corrosão:	5	5	10-20	25	5	<10	20	25	<5
teste de nebulização salina DIN EN ISO 9227 durante 1008 horas	-	-	-	U < 1	-	-	-	-	U < 1
teste de mudança climática VDA 621-415 durante 10 voltas	-	-	-	1,5	-	-	-	-	1,5
teste CASS DIN EN ISO 9227 CASS	-	-	-	<1	-	-	-	-	<1
teste filiforme DIN EN 3665	-	-	-	0,4-0,5 2,6-3,9	-	-	-	-	0,9-1,3 2,6-4,1
brita de acordo com a DIN EN ISO 20567-1 após 10 voltas VDA	-	-	-	1,5	-	-	-	-	1,5
teste de aderência de laca:									
corte de grade de acordo com BMW GS 90011	-	-	-	1	-	-	-	-	1

tipo de chapas	B 28	B 29	B 30	B 31	VB 1	VB 2
tipo do agente de ativação	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS	CRS
agente de ativação nº	E	E	E	E	C	E
peso da camada g/m² inicial	14	15	16	17	1	17
peso da camada g/m² final	2,8	2,1	2,1	1,7	2,2	2,5
grau de cobertura visual em %	3,5	2,5	2,4	2,0	4,8	4,2
aparência	100	100	100	100	100	100
tamanho médio do cristal µm inicial	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme	uniforme
tamanho médio do cristal µm final	10	<5	<5	<5	5	10
testes de corrosão:	15-25	5	5	<5	50	30
teste de nebulização salina DIN EN ISO 9227 durante 1008 horas	-	-	-	U < 1	u < 1	-
teste de mudança climática VDA 621-415 durante 10 voltas	-	-	-	1,7	1,8	-
teste CASS DIN EN ISO 9227 CASS	-	-	-	<1	<1	-
teste filiforme DIN EN 3665	-	-	-	0,0-1,5 2,8-4,1	0,3-0,4 2,8-3,5	-
brita de acordo com a DIN EN ISO 20567-1 após 10 voltas VDA	-	-	-	1,5	2	-
teste de aderência de laca:						
corte de grade de acordo com BMW GS 90011	-	-	-	1	1	-

[0098] Quanto menores são os valores nos testes de corrosão e aderência de laca, tanto melhores são os resultados. Nesses testes, foi demonstrado que os resultados de corrosão e os resultados de aderência de laca são, em parte, um pouco melhores, mas também não pioram em nenhum caso, se em vez da ativação segundo o estado da técnica, foi usada a ativação de acordo com a invenção.

[0099] Nos exemplos de acordo com a invenção, os tamanhos dos cristais de fosfato de zinco são, em parte, um pouco menores ou mesmo nitidamente menores do que nos exemplos comparativos.

REIVINDICAÇÕES

1. Agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato de titânio, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos um composto de silício hidrossolúvel com pelo menos um grupo orgânico selecionado de bis(3-trimetoxissililpropil)amina e bis(3-trietoxissililpropil)amina, mais particularmente como silano/silanol/siloxano/polissiloxano hidrolisado ou/e condensado,

em que o teor total dos compostos de silício hidrossolúveis com pelo menos um grupo orgânico no agente de ativação está na faixa de 0,0001 a 0,2 g/l, em cada caso calculado como silano ou/e como composto de partida correspondente contendo silício principalmente presente.

2. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação coloidal aquoso compreende fosfato de titânio, ortofosfato, metal alcalino, e opcionalmente pelo menos um agente de estabilização ou/e pelo menos um outro aditivo.

3. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o teor de titânio do agente de ativação aquoso se encontra na faixa de 0,0001 a 10 g/l.

4. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o teor de fosfato do agente de ativação aquoso calculado como PO₄ encontra-se na faixa de 0,005 a 300 g/l.

5. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o fosfato no agente de ativação coloidal aquoso está presente em forma de fosfato de titânio, fosfato de titanila, fosfato dissódico ou/e fosfato dipotássico.

6. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o teor total de cobalto, cobre

ou/e níquel do agente de ativação encontra-se na faixa de 0,01 a 0,02 g/l.

7. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que contém em cada caso pelo menos um polissacarídeo anionicamente modificado, um copolímero orgânico hidrossolúvel, ácido carboxílico, ácido fosfônico, ácido difosfônico, ácido trifosfônico, ácido polifosfônico, polieletrólito ou/e seus derivados.

8. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação coloidal aquoso à base de fosfato de titânio pode compreender adicionalmente pelo menos um outro fosfato não contendo titânio.

9. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação também inclui uma mistura purificadora, pelo menos um agente tensoativo ou/e pelo menos um hidrótropo.

10. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação também inclui em cada caso pelo menos um biocida, um agente de umidificação, agente de desendurecimento, agente de complexação, agente sequestrante ou/e um marcador.

11. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação é uma solução coloidal ou dispersão coloidal ou um agente de ativação pulverizado.

12. Agente de ativação coloidal aquoso de acordo com qualquer uma das reivindicações 11, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação pulverizado é dissolvido e disperso para uso em um processo de revestimento.

13. Processo para preparar um agente de ativação coloidal aquoso, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 12,

caracterizado pelo fato de ser a partir de um agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio A) através de um agente de ativação pulverizado (pré-estágio B) e depois, antes da aplicação sobre as superfícies metálicas, é dissolvido em água e dispersado (agente de ativação C), ou é preparado a partir do agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio A) através de um agente de ativação coloidal aquoso (pré-estágio D) e depois, antes da aplicação sobre as superfícies metálicas, é diluído em água (agente de ativação E).

14. Processo para fosfatar superfícies metálicas, caracterizado pelo fato de que compreende aplicar o agente de ativação, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 12, às superfícies metálicas.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação é aplicado sobre as superfícies metálicas a uma temperatura na faixa de 10 a 80 °C.

16. Processo de acordo com a reivindicação 14 ou 15, caracterizado pelo fato de que o agente de ativação é aplicado sobre as superfícies metálicas através de flutuação, revestimento de fluxo, pulverização, imersão ou/e laminação e, opcionalmente, espremeção.

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 14 a 16, caracterizado pelo fato de que, antes da ativação, as superfícies metálicas são limpas, desengorduradas ou/e mordentadas ou/e enxaguadas com água após a ativação e antes da fosfatação.

18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 14 a 17, caracterizado pelo fato de que, após a ativação, as superfícies metálicas são fosfatadas, pós-enxaguadas ou/e providas com pelo menos um revestimento orgânico.

19. Uso de um agente de ativação, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de ser em um agente de limpeza.

20. Uso de um agente de ativação coloidal, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de ser para revestir substratos metálicos como arame, rede de arame, cinta, chapa, perfil, revestimento, peça de um veículo ou míssil, elemento para um aparelho doméstico, elemento na engenharia civil, armação, elemento de um separador lateral, de um corpo de aquecimento ou de cerca, peça moldada de geometria complicada ou peça pequena.