



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

**(11) PI 0622060-6 B1**



**(22) Data do Depósito: 29/09/2006**

**(45) Data de Concessão: 25/06/2019**

---

**(54) Título:** COMPOSIÇÃO ESTÁVEL PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA E PROCESSO PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA

**(51) Int.Cl.:** C23C 22/48; C23C 22/73; C23C 22/74; B05D 7/14; C08L 83/04; (...).

**(73) Titular(es):** MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS INC..

**(72) Inventor(es):** SHIU-CHIN H. SU; KENDALL L. GUYER; JEFFERY MELZER; ANDREA KEYS EODICE; MATTHEW M. HUNTER; LINGYUN HE; DONALD W. WHISENHUNT JR.; BRET CHISHOLM; CHRISTOPHER M. CARTER.

**(86) Pedido PCT:** PCT US2006038384 de 29/09/2006

**(87) Publicação PCT:** WO 2008/041976 de 10/04/2008

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 27/03/2009

**(57) Resumo:** COMPOSIÇÃO ESTÁVEL PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA E PROCESSO PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA São descritos revestimentos por conversão e passivação e métodos para tratar superfícies de metal tal como aço e alumínio. As composições de revestimento compreendem um silano e um agente estabilizante. Os métodos compreendem contatar a superfície de metal requisitada com a composição de revestimento.

“COMPOSIÇÃO ESTÁVEL PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA E PROCESSO PARA TRATAMENTO DE UMA SUPERFÍCIE DE METAL PARA FORMAR UM REVESTIMENTO DE CONVERSÃO OU PASSIVAÇÃO SOBRE A MESMA”

#### Campo da Invenção

[001]Essa descrição refere-se a revestimentos para metais não contendo cromo. Particularmente, a descrição refere-se a um revestimento de fosfato e não metal, não cromado, e sem enxágue para superfícies de aço, aço revestido com zinco, e alumínio compreendendo um agente estabilizante para intensificar a aderência de revestimentos secantes, por conversão e/ou passivação à superfície e fornecer proteção intensificada à corrosão.

#### Fundamentos da Invenção

[002]Uma variedade de composições é conhecida para aplicações comerciais para preparar superfícies de metal. Por exemplo, compostos de cromo e revestimentos por conversão de fosfato de metal pesado são usados em aplicações comerciais para preparar superfícies de metal antes de operações de pintura. Entretanto, preocupações crescentes existem considerando o perfil de toxicidade do cromo e os efeitos da poluição de cromados, fosfatos, e outros metais pesados descarregados em rios e hidrovias a partir dos fluxos residuais desses processos industriais.

[003]Consequentemente, há uma necessidade na técnica de fornecer um tratamento eficaz isento de compostos de cromo ou fosfato de metal pesado para fornecer revestimentos secos em lugar de revestimentos por conversão ou passivação para inibir a corrosão em superfície de metal e intensificar a aderência da pintura ou outros revestimentos que podem ser aplicados à superfície. A Patente U.S. No. 5.433.976 descreve uma solução alcalina feita de uma combinação de silicato inorgânico ou aluminato, um silano organofuncional e um silano não funcional como um

tratamento para metal que forneça resistência à corrosão intensificada de substratos de metal pintado. A Patente U.S. No. 6.106.901 descreve um método para tratar um metal com uma solução compreendida de um ureido silano com um ou mais silanos multi-silil-funcionais. Um solvente tal como um álcool pode ser incluído para aperfeiçoar a solubilidade ou estabilidade e um ácido pode ser adicionado para ajustar o pH da solução abaixo de 7. O solvente pode ser substancialmente removido em uma etapa subsequente.

#### Sumário da Invenção

[004]A presente descrição pertence a um método(s) e composição(ões) para tratar as superfícies de um metal tal como aço, (especificamente em uma modalidade aço laminado a frio), aços revestidos com zinco, e alumínio, para fornecer a formação de um revestimento por conversão ou passivação, o que aumenta a resistência à corrosão de metal virgem ou pintado e/ou as propriedades de aderência entre o metal e o revestimento. Em uma modalidade, os métodos aqui citados compreendem contatar a superfície de metal requisitada com uma solução aquosa estabilizada compreendendo partículas de óxido coloidal tal como óxido de metal ou partículas de sílica e um composto de ureido silano. Após o contato da superfície de metal com o tratamento acima (também conhecido como pré-tratamento ou solução de pré-tratamento, composição de tratamento, composição aquosa, composição aquosa de pré-tratamento, composição de solução aquosa, composição HAPS baixo, composição, composição de solução aquosa estabilizada, composição com baixos voláteis, e seus similares), o tratamento pode ser seco em lugar de formar o revestimento desejado. Especificamente, o tratamento é substancialmente isento de cromo e fosfato.

[005]Em uma modalidade aqui citada é fornecida uma composição estável compreendendo:

(a) uma solução aquosa de condensado parcial e/ou completo de silano or-

ganofuncional suscetível à formação de gel e/ou precipitação e substancialmente isenta de poluentes do ar perigosos, onde a dita solução aquosa não é estável; e

(b) uma quantidade de aumento de estabilidade de agente estabilizante, que estabiliza a solução aquosa (a) para produzir a composição estável.

[006]Em outra modalidade aqui citada é fornecida uma composição compreendendo (a) o condensado parcial ou completo de ureidosilano (b) óxido coloidal e (c) água.

[007]Em ainda outra modalidade aqui citada é fornecido um método para tratar uma superfície de metal para formar um revestimento por conversão ou passivação nesta que compreende contatar a dita superfície de metal com uma composição estável compreendendo:

(a) uma solução aquosa de condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional para formação de gel e/ou precipitação e substancialmente isenta de poluentes do ar perigosos, onde a dita solução aquosa não é estável; e

(b) uma quantidade de aumento de estabilidade de agente estabilizante, que estabiliza a solução aquosa (a) para produzir a composição estável.

[008]Em ainda uma modalidade adicional é fornecido um método para tratar uma superfície de metal para formar um revestimento por conversão ou passivação nesta que compreende contatar a dita superfície de metal com uma composição compreendendo:

(a) Um condensado parcial ou completo de ureidosilano;

(b) um óxido de metal coloidal ou partículas de sílica; água; e,

(c) opcionalmente, um adjuvante que é um composto de alcóxisilano diferente do ureidoalcóxisilano (a).

#### Descrição Detalhada da Invenção

[009]De acordo com uma modalidade aqui citada, descobriu-se que revestimentos por conversão ou passivação, isentos de cromo e especificamente isentos

de fosfato podem ser fornecidos em superfícies de metal tal como aço eletrogalvanizado, aço laminado a frio, aço galvanizado por imersão a quente, alumínio, e outros metais contatando a superfície desejada com uma solução aquosa estabilizada tal como solução de óxido de metal e/ou opcionalmente, uma solução de sílica.

[010]Em uma modalidade específica aqui citada, entende-se que todas as faixas aqui podem compreender todas as faixas entre elas.

[011]Em uma modalidade específica aqui citada, é fornecida uma composição estável para tratar uma superfície de metal para formar um revestimento por conversão ou passivação nesta, a dita composição compreendendo:

(a) uma solução aquosa de condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional suscetível à formação de gel e/ou precipitação e substancialmente isenta de poluentes do ar perigosos, onde a dita solução aquosa não é estável; e

(b) uma quantidade de aumento de estabilidade de agente estabilizante, que estabiliza a solução aquosa (a);

(c) óxido coloidal; e

(d) opcionalmente, um adjuvante que é um alcóxisilano diferente do silano organofuncional (a), onde a dita composição é uma composição estável.

[012]Em uma modalidade adicional aqui citada, as composições descritas aqui podem ser composições de tratamento para tratar uma superfície de metal para formar um revestimento por conversão ou passivação nesta. Em uma modalidade ainda adicional, o método descrito aqui de tratar uma superfície de metal para formar um revestimento por conversão ou passivação nesta que compreende contatar a dita superfície de metal com uma composição, pode compreender a dita superfície de metal com uma composição de tratamento.

[013]As composições de solução aquosa adicionalmente compreendem um ou mais silanos hidrolisados ou parcialmente hidrolisados tal como o exemplo não limitante de ureidosilanos. Em uma modalidade mais específica, os agentes estabili-

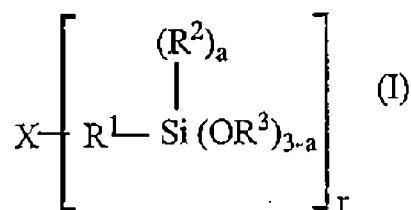
zantes são adicionados à mistura de solução-silano (solução aquosa) para intensificar a estabilidade do produto. Em uma modalidade aqui citada, as composições de pré-tratamento aquosas descritas aqui, fornecem resistência à corrosão aperfeiçoada de metal virgem ou pintado, e aderência de revestimentos aplicados a metal virgem ou pintado. Entende-se aqui que a frase “metal virgem” refere-se a superfícies de metal que são tratadas com o revestimento por conversão ou passivação descrito aqui, mas que não foram pintadas.

[014]Em uma modalidade aqui citada, a frase “silano organofuncional” é entendida como sendo qualquer alcóxisilano e/ou acilóxisilano que, em adição a sua funcionalidade de alcóxi ou acilóxi tem uma funcionalidade orgânica adicional além de amino.

[015]Em uma modalidade aqui citada, entende-se que a frase “condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional”, ou mais especificamente, a condensado parcial e/ou completo de ureidosilano pode compreender um silano organofuncional e/ou ureidoalcóxisilano bem como hidrolisados completos ou opcionalmente parciais desses, bem como condensados completos e/ou parciais dos ditos hidrolisados. Em uma modalidade aqui citada, entende-se que ureidoalcóxisilano é uma modalidade mais específica de um silano organofuncional, que pode ser usado em qualquer modalidade aqui citada. Em uma modalidade, em quaisquer das composições e/ou métodos descritos aqui, ureidosilano pode ser, em uma modalidade não limitante, um silano organofuncional. Em uma modalidade, um silano organofuncional é um alcóxisilano e/ou acilóxisilano que pode ser hidrolisado com qualquer água, especificamente água presente em quaisquer composições e/ou métodos descritos aqui para produzir a presença de condensados parciais e/ou completos de silano organofuncional nas ditas composições e/ou métodos. Em ainda outra modalidade, um hidrolisado é o produto parcial e/ou completamente hidrolisado de silano organofuncional. Em outra modalidade adicional, similar à hidrólise de silano organofuncio-

nal descrita aqui, o hidrolisado pode ser submetido a uma reação de condensação que pode envolver reações de condensação conhecidas pelos versados na técnica que podem resultar em hidrolisados parcial e/ou completamente condensados. Em outra modalidade aqui citada, o nível de hidrólise do silano organofuncional descrito aqui pode ser a quantidade que ocorre instantaneamente mediante a exposição do silano à umidade até a hidrólise completa do silano organofuncional.

[016]Em uma modalidade aqui citada, o silano organofuncional (a) é da fórmula geral (I):



onde cada ocorrência de R<sup>1</sup> é independentemente um grupo orgânico divalente linear, ramificado ou cíclico de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono, mais especificamente 1 a aproximadamente 10 átomos de carbono, e mais especificamente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, tal como os exemplos não limitantes de metileno, etileno, propileno, isopropileno, butileno, isobutileno, ciclohexileno, arileno ou alcarileno formando uma ponte estável entre o grupo organofuncional X e o grupo silil, e opcionalmente contendo um ou mais heteroátomos, tal como os exemplos não limitantes de O e S; cada ocorrência de R<sup>2</sup> independentemente é alquila, alquila substituída com alcóxi, arila, ou aralquila, todos de especificamente de 1 a aproximadamente 16 átomos de carbono, mais especificamente de 1 a 12 átomos de carbono e mais especificamente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, cada R<sup>3</sup> independentemente é hidrogênio, acetila, alquila, ou alquila substituída com alcóxi, todos de especificamente de 1 a aproximadamente 16 átomos de carbono, mais especificamente de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono e mais especificamente até aproximadamente 8 átomos de carbono; X é um grupo organofuncional de valência r, incluindo grupos funcionais mono-, di-, ou polivalen-

tes,  $r$  é um número inteiro de 1 a 4, e  $a$  é um número inteiro de 0 a 2, mais especificamente 0 a 1 e mais especificamente 0.

[017]Em uma modalidade,  $X$  é um grupo funcional, tal como os exemplos não limitantes de mercapto, acilóxi, glicidóxi, epóxi, epoxiciclohexila, epoxiciclohexiletíl, hidróxi, epissulfeto, acrilato, metacrilato, ureido, tioureido, vinila, alila,  $-NHCOOR^5$  ou  $-NHCOSR^5$  onde  $R^5$  é um grupo hidrocarbila monovalente contendo de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono, mais especificamente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, tiocarbamato, ditiocarbamato, éter, tioéter, dissulfeto, trissulfeto, tetrassulfeto, pentassulfeto, hexassulfeto, polissulfeto, xantato, tritiocarbonato, ditiocarbonato, isocianurato, ou outro grupo  $-Si(R^2)_a(OR^3)_{3-a}$  onde  $R^2$ ,  $R^3$  e  $a$  são como definido.

[018]Em uma modalidade, o conjunto de grupos organofuncionais univalentes aqui citados inclui, mas não está limitado a, mercapto, acilóxi, tal como acrilóxi, metacrilóxi, e acetóxi, glicidóxi,  $-O-CH_2-C_2H_3O$ , epóxiciclohexiletíla,  $-CH_2-CH_2-C_6H_9O$ , epóxiciclohexila,  $-C_6H_9O$ , epóxi,  $-CR(-O)CR_2$ , hidróxi, carbamato,  $-NR(C=O)OR$ , uretano,  $-O(C=O)NRR$ , ureido univalente  $-NR(C=O)NR_2$ , silila,  $-Si(R^2)_a(OR^3)_{3-a}$ , onde  $a$  é como definido; sililalquila,  $-C_6H_9(C_2H_4Si(R^2)_a(OR^3)_{3-a})_2$ , onde  $a$  é como definido, onde  $C_6H_9$  refere-se a ciclohexila, e isocianurato univalente  $(-N)(NR)(NR)C_3O_3$ , onde cada ocorrência de  $R$  é independentemente selecionada a partir do grupo que consiste de hidrogênio, alquila de 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquila, alquenila de 1 a 6 átomos de carbono, arileno ou alcarileno.

[019]Em outra modalidade aqui citada, o conjunto de grupos organofuncionais divalentes inclui, mas não está limitado a, carbamato,  $-(-)N(C=O)OR$ , ureiro  $-NR(C=O)NR-$ , e isocianurato divalente,  $(-N)_2(NR)C_3O_3$  onde  $R$  é independentemente selecionado a partir do grupo que consiste de hidrogênio, alquila de 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquila, alquenila de 1 a 6 átomos de carbono, arileno ou alcarileno.

[020]Em ainda outra modalidade aqui citada, o conjunto de grupos organo-

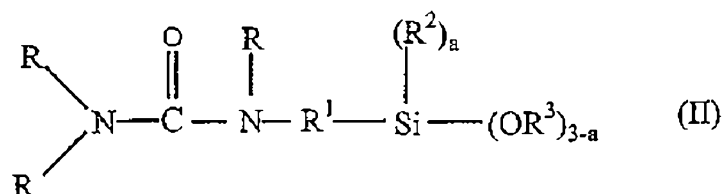
funcionais trivalentes aqui citados inclui, mas não está limitado a, carbamato,  $(-)_2\text{NC}(=\text{O})\text{O}-$ , ureido,  $(-)_2\text{NC}(=\text{O})\text{NR}$ , e isocianurato trivalente  $(-\text{N})_3\text{C}_3\text{O}_3$ , onde R é independentemente selecionado a partir do grupo que consiste de hidrogênio, alquila de 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquila, alquenila de 1 a 6 átomos de carbono, arileno ou alcarileno.

[021]Em uma modalidade adicional aqui citada, o conjunto de grupos organofuncionais quadrivalentes aqui citados inclui, mas não está limitado a ureido,  $(-)_2\text{N}(\text{C}=\text{O})\text{N}(-)_2$ .

[022]Em uma modalidade específica, o silano organofuncional é ureido univalente  $-\text{NR}(\text{C}=\text{O})\text{NR}_2$ , ureido divalente  $-\text{NR}(\text{C}=\text{O})\text{NR}-$  e  $(-)_2\text{N}(\text{C}=\text{O})\text{NR}_2$ , ureido trivalente  $(-)_2\text{NC}(=\text{O})\text{NR}-$ , ureido tetravalente  $(-)_2\text{N}(\text{C}=\text{O})\text{N}(-)_2$  e isocianurato trivalente  $(-\text{N}_3)\text{C}_3\text{O}_3$ .

[023]Em uma modalidade específica, r é um número inteiro de 1 a 4 e especificamente de 2 a 4, e mais especificamente 3 a 4.

[024]Em uma modalidade, o silano organofuncional (a) é um ureidosilano tal como o exemplo não limitante de ureidoalcóxisilano (a) descrito acima. Em uma modalidade mais específica aqui citada, como para os materiais de ureido silano (tal como o exemplo não limitante de ureidoalcóxisilano (a) descrito acima) que estão presentes e podem ser usados, esses incluem ureido silanos como apresentados na Fórmula (II).

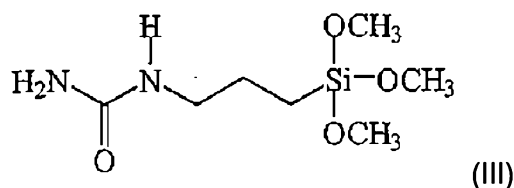


onde cada ocorrência de R é hidrogênio, alquila de 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquila, alquenila de 1 a 6 átomos de carbono, arileno ou alcarileno, e especificamente o R que é ligado ao átomo de nitrogênio que é uma ponte entre a carbonila e R<sup>1</sup>, é individualmente selecionado a partir do grupo que consiste de hidrogênio,

metila, etila, propila, isopropila, butila, isobutila, sec-butila, ter-butila, e ciclohexila; R<sup>1</sup> é um grupo alifático ou aromático substituído ou não substituído, especificamente R<sup>1</sup> é selecionado a partir dos membros do grupo que consiste de um alquileno de 1 a 10 átomos de carbono, alquenileno de 1 a 6 átomos de carbono, arileno e alquilarileno e alguns exemplos não limitantes de R<sup>1</sup> são metileno, etileno, propileno, 2-metilpropileno e 2,2-dimetilbutileno; cada R<sup>2</sup> independentemente é um grupo hidrocarboneto monovalente de 1 a 10 átomos de carbono, mais especificamente 1 a 6 átomos de carbono, especificamente tal como exemplos não limitantes de grupos alquila, arila e aralquila tal como os exemplos não limitantes de metila, etila, butila, hexila, fenila, ou benzila, mais especificamente, as alquilas inferiores de 1 a 4 átomos de carbono e mais especificamente metila; e R<sup>3</sup> é cada um independentemente escolhido a partir do grupo que consiste de hidrogênio, alquila linear ou ramificada, alquila substituída com alcóxi linear ou ramificada, acila linear ou ramificada, especificamente R<sup>3</sup> é individualmente escolhido a partir do grupo que consiste de hidrogênio, etila, metila, propila, isopropila, butila, isobutila, sec-butila, e acetila; e em uma modalidade, ao menos um R<sup>3</sup> é outro além de hidrogênio ou acetila; e a é 0, 1 ou 2.

[025]Em uma modalidade específica, entende-se que como usado aqui, o termo aromático ou alifático “substituído” significa um grupo alifático ou aromático onde a cadeia principal de carbono pode ter um heteroátomo localizado dentro da cadeia principal ou um heteroátomo, ou um grupo contendo heteroátomo ligado à cadeia principal de carbono. Em uma modalidade, alguns exemplos não limitantes de um heteroátomo são oxigênio, nitrogênio ou combinações desses.

[026]Em uma outra modalidade específica aqui citada, o ureido silano (tal como o exemplo não limitante de ureidoalcóxisilano) empregado nesta descrição é  $\gamma$ -ureidopropiltrimetóxisilano tal como um tendo a estrutura (III):



[027] Em outra modalidade específica, um exemplo não limitante de ureido silano aqui citado pode ser 3-ureidopropiltrióxissilano que pode também ser usado para preparar os hidrolisados, que podem ser usados nas composições e métodos descritos aqui. O 3-ureidopropiltrióxissilano puro é um material ceroso sólido. Um solvente ou meio de solubilizar o material sólido é necessário por ele ser útil. Em uma modalidade específica aqui citada, o 3-ureidopropiltrióxissilano comercialmente disponível é dissolvido no exemplo não limitante de metanol, e como um resultado, não é um composto puro, mas contém ambos grupos metóxi e etóxi ligados ao mesmo átomo de silício. Em uma modalidade, o 3-ureidopropiltrióxissilano comercialmente disponível é dissolvido em metanol, tal que o metanol constitui 50 por cento da solução de ureidopropiltrióxissilano e metanol. Em outra modalidade específica aqui citada, quando completamente hidrolisados, as identidades dos silanos seriam idênticas.

[028] Em uma modalidade aqui citada, o silano organofuncional (a) é selecionado a partir do grupo que consiste de vinilmetildietóxissilano, viniltrimetóxissilano, vinildimetiletóxissilano, viniltrióxissilano, viniltripropóxissilano, vinil-tris(2-metoxietóxissilano), estiriletiltrimetóxissilano, gama-acriloxipropiltrimetóxissilano, gama-(acriloxipropil)metildimetóxissilano, gama-metacriloxipropiltrimetóxissilano, gama-metacriloxipropiltrióxissilano, gama-metacriloxipropilmetildimetóxissilano, gama-metacriloxipropilmetildietóxissilano, gama-metacriloxipropil-tris-(2-metoxietóxi)silano, beta-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetóxissilano, beta-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrióxissilano, gama-glicidoxipropiltrimetóxissilano, gama-glicidoxipropiltrióxissilano, gama-glicidoxipropilmetildietóxissilano, gama-glicidoxipropilmetildimetóxissilano, gama-mercaptopropiltrimetóxissilano, gama-mercaptopropiltrióxissilano, gama-

tiooctanoilpropiltrimetóxisilano, gama-tiooctanoilpropilrietóxisilano, bis-(trimetóxisililpropil)tetrassulfano, bis-(rietóxisililpropil)dissulfano, gama-ureidopropiltrimetóxisilano, gama-ureidopropilrietóxisilano, gama-ureidopropildimetoxietóxisilano, gama-ureidopropilmetóxidietóxisilano, gama-ureidopropilmetildimetóxisilano, gama-ureidopropilmetildietóxisilano, gama-ureidopropilmetilmetoxietóxisilano, gama-carbamato propiltrimetóxisilano, gama-carbamato propilrietóxisilano, isocianurato propiltrimetóxisilano, bis-(trimetóxisililpropil)uréia, bis-(rietóxisililpropil)uréia, 2-cianoetiltrimetóxisilano, 2-cianoetilrietóxisilano e combinações desses.

[029]Em uma modalidade específica, o silano organofuncional (a) é selecionado a partir do grupo que consiste gama-ureidopropiltrimetóxisilano, gama-ureidopropilrietóxisilano, gama-ureidopropildimetoxietóxisilano, gama-ureidopropilmetóxidietóxisilano, gama-ureidopropilmetildimetóxisilano, gama-ureidopropilmetildietóxisilano, gama-ureidopropilmetilmetóxietóxisilano, N,N'-bis-(3-trietóxisililpropil)uréia, N,N'-bis-(3-trimetóxisililpropil)uréia, N,N'-bis-(3-dietóximetilsililpropil)uréia, N,N'-bis-(3-diisopropoximetilsililpropil)uréia, N,N-bis-(3-trietóxisililpropil)uréia, N,N-bis-(3-trimetóxisililpropil)uréia, N,N-bis-(3-dietóximetilsililpropil)uréia, N,N-bis-(3-diisopropoximetilsililpropil)uréia, N,N,N'-tris-(3-trietóxisililpropil)uréia, N,N,N'-tris-(3-trimetóxisililpropil)uréia, N,N,N'-tris-(3-dietóximetilsililpropil)uréia, N,N,N'-tris-(3-diisopropoxisililpropil)uréia, N,N,N,'N'-tetraquis-(3-trietóxisililpropil)uréia, N,N,N,'N'-tetraquis-(3-trimetóxisililpropil)uréia, N,N,N,'N'-tetraquis-(3-dietóximetilsililpropil)uréia, N,N,N,'N'-tetraquis-(3-diisopropoximetilsililpropil)uréia, tris-(3-trimetóxisililpropil)isocianurato, e combinações desses.

[030]Em uma outra modalidade aqui citada, a frase “substancialmente isento de poluente do ar perigoso” (HAP ou HAPs) é um nível de HAP que está presente após uma remoção de HAP da solução aquosa de condensado parcial e/ou comple-

to de silano organofuncional descrito acima, mais especificamente, uma remoção que resulta em um nível mais baixo de HAP comparado a uma solução aquosa equivalente de condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional que não teve HAP removido. Em uma modalidade específica, tal remoção de HAP pode ser executada espalhando-o com gás inerte tal como o exemplo não limitante de nitrogênio. Em uma modalidade mais específica, tal espalhamento pode ser conduzido por um período de aproximadamente 2 a aproximadamente 96 horas, mais especificamente de aproximadamente 4 a aproximadamente 72 horas, ainda mais especificamente de aproximadamente 6 a aproximadamente 48 horas e mais especificamente de aproximadamente 8 a aproximadamente 24 horas. Em outra modalidade aqui citada, algumas outras técnicas que podem ser usadas aqui para a remoção de HAP são pressão reduzida e/ou destilação. Em uma modalidade ainda mais específica, "substancialmente isento de poluente do ar perigoso" pode compreender um nível de HAP especificamente menor do que aproximadamente 1 por cento em peso, mais especificamente menor do que aproximadamente 0,2 por cento em peso, ainda mais especificamente menor do que aproximadamente 0,05 por cento em peso e mais especificamente menor do que aproximadamente 0,01 por cento em peso, as ditas porcentagens em peso sendo baseadas no peso total da composição.

[031]Em uma modalidade aqui citada, HAP são quaisquer compostos usados em pinturas que foram identificados como HAPs no Clean Air Act Amendments de 1990. Em uma modalidade específica, HAP pode ser subprodutos formados a partir da hidrólise de silano organofuncional (a) descrito acima. Em uma modalidade específica, HAP inclui acetamida, acrilamida, ácido acrílico, acrilonitrilo, cloreto de alila, anilina, benzeno, 1,3-butadieno, caprolactama, catecol, cumeno, 1,2-dicloroetano, dicloroetil éter, dietanolamina, dimetilamino-azobenzeno, dimetilfomida, dimetilftalato, epiclorohidrina, etil acrilato, etil benzeno, dibrometo de etileno, etilenimina, formaldeído, hexaclorabenzeno, n-hexano, hidroquinona, isoforona, ani-

drido maleico, metanol, metil etil cetona, metil isobutil cetona, cloreto de metileno, naftaleno, nitrobenzeno, 2-nitropropano, pentaclorofenol, fenol, óxido de propileno, estireno, 1,1,2,2-tetracloroetano, tolueno, diisocianato de 2,4-tolueno, 1,1,1-tricloroetano, tricloroetileno, 2,4,6-triclorofenol, acetato vinílico, cloreto vinílico, xilenos, m-xileno, o-xileno, p-xileno e combinações desses. Um exemplo é a liberação de metanol a partir da hidrólise de gama-ureidopropiltrimetóxisilanos.

[032]Em outra modalidade específica em adição a ser substancialmente isento de HAPS, a solução aquosa de silano organofuncional (a) pode ser adicionalmente baixa em composto orgânico volátil (VOC). Em uma modalidade específica, o VOC pode ser subprodutos formados a partir da hidrólise de silano organofuncional (a) descrito acima. Em uma modalidade mais específica, o VOC é qualquer composto orgânico que participa em quaisquer reações fotoquímicas atmosféricas; ou seja, qualquer composto orgânico além daqueles que a Agência de Proteção Ambiental (EPA) designa como tendo reatividade fotoquímica desprezível. Em uma modalidade mais específica, o VOC pode ser selecionado a partir do grupo que consiste de metanol, etanol, n-propanol, 2-propanol, n-butanol, 2-butanol, ter-butanol e combinações desses. Em uma modalidade adicional aqui citada, baixo em VOC é um nível de VOC de especificamente menos de aproximadamente 10 por cento em peso, mais especificamente menos de aproximadamente 5 por cento em peso, ainda mais especificamente menos de aproximadamente 2 por cento em peso e mais especificamente menos de aproximadamente 1 por cento em peso, as ditas porcentagens em peso sendo baseadas no peso total da composição.

[033]Na aplicação de revestimentos, tal como na aplicação de revestimentos em superfícies de metal, o VOC é calculado de acordo com o Método EPA 24 a partir da porcentagem de não volátil com correções em solventes isentos e água. O teor não volátil é medido com base nos Padrões ASTM D2369 e D3960. Em uma modalidade, geralmente, uma amostra de material é localizada em um prato e localizada

em um forno de convecção em 110° C por 1 hora. O peso restante no prato é então determinado. Em uma modalidade, os glicóis que são mais específicos às aplicações, que exibem baixo VOC além de outros descritos aqui são 1,4-ciclohexanodimetanol, trimetilopropano, glicerol, penteritrol e combinações desses.

[034]O material de solução de sílica compreende sílica coloidal aquosa especificamente com pH ácido. Alguns exemplos não limitantes de materiais de solução de sílica são aqueles que podem ser adquiridos a partir da Cabot Corporation e a partir de outros fornecedores tais como Wacker Chemie, Degussa, Nissan Chemical, e Nalco Chemical Company. Um exemplo não limitante de uma solução de sílica eficaz, Cab-O-Sperse A205, é uma dispersão aquosa de sílica defumada de alta pureza em água desionizada disponível a partir da Cabot Corporation. O Cab-O-Sperse A205 tem um pH de aproximadamente 5 a 7, um teor de sólidos de aproximadamente 12%, uma viscosidade de menos de 100 centipoise (cPs) e uma gravidade específica de aproximadamente 1,07. Em uma modalidade aqui citada, um óxido coloidal é entendido como sendo o mesmo de um óxido de metal coloidal ou solução de óxido de metalóide coloidal e especificamente um óxido de metal coloidal pode ser óxido de cério e um óxido de metalóide coloidal pode ser sílica. Em uma modalidade, o óxido de metal coloidal é óxido de cério.

[035]Em uma modalidade aqui citada, as soluções de óxido de cério exemplificadas não limitantes são quaisquer daquelas que são comercialmente disponíveis. Em uma modalidade específica, as soluções de óxido de cério que são comercialmente disponíveis compreendem partículas de óxido de cério em suspensão coloidal aquosa. Em uma modalidade mais específica aqui citada, algumas soluções de óxido de cério comercialmente disponíveis não limitantes que podem ser mencionadas como exemplificadas incluem nitrato de óxido de cério coloidal e acetato de óxido de cério, ambos disponíveis a partir da Rhodia e bem como soluções de óxido de cério disponíveis a partir da Nyacol Nano Technologies Inc. Em uma modalidade

mais específica aqui citada, a solução de acetato de óxido de cério inclui aproximadamente 20% em peso de partículas de óxido de cério. Em ainda outra modalidade específica, algumas soluções de óxido de cério exemplificadas não limitantes incluem aquelas tendo tamanhos de partícula de menos de aproximadamente 100 nanômetros (nm), mais especificamente menos de aproximadamente 50 nm e mais especificamente menos de aproximadamente 20 nm. Em outra modalidade específica, alguns pHs exemplificados não limitantes de soluções de óxido de cério, são aqueles tendo valores de pH na ordem de aproximadamente 1 a 9, mais especificamente 1 a 6, e mais especificamente 2 a 4. Em ainda uma modalidade mais específica, alguns exemplos não limitantes de outras soluções de óxido de metal incluem aqueles tais como ZnO, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e combinações desses. Em uma outra modalidade não limitante aqui citada, o óxido de metal coloidal pode compreender qualquer óxido de metal coloidal além de partículas de sílica (isto é, partículas de sílica nanodimensionadas), e/ou partículas de óxido de zinco (isto é, partículas de óxido de zinco nanodimensionadas), e/ou partículas de óxido de alumínio (isto é, partículas de óxido de alumínio nanodimensionadas).

[036]Em uma modalidade mais específica, a suspensão coloidal aquosa de óxido de metal pode compreender óxido de metal em uma quantidade de especificamente aproximadamente 0,001 a aproximadamente 36 por cento em peso, mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 30 por cento em peso, e mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20 por cento em peso, as ditas porcentagens em peso sendo baseadas no peso total da composição. Em uma modalidade ainda adicional aqui citada, a suspensão coloidal aquosa de óxido de metal pode adicionalmente compreender sílica, e mais especificamente, solução de sílica. Em outra modalidade específica, a composição pode adicionalmente compreender sílica e mais especificamente solução de sílica.

[037]Em outra modalidade específica, em adição à combinação acima de so-

lução (óxido de metal coloidal) e silano organofuncional (a) ou mais especificamente ureido silanos (tal como o exemplo não limitante de ureidoalcóxisilanos), concluiu-se que a vida útil da combinação pode ser acentuadamente aperfeiçoada pela adição de um agente estabilizante a essa. Em uma modalidade específica, os dados preliminares sugerem que com a adição de certos estabilizantes, a vida útil da composição de solução/ureido silano pode ser estendida.

[038]Em outra modalidade aqui citada, a frase “agente estabilizante” como usada aqui deve ser entendida como sendo uma substância que é (1) solúvel em água, (2) não um poluente do ar perigoso e opcionalmente adicionalmente não um VOC e (3) retarda a precipitação ou gelação do condensado.

[039]Em outra modalidade aqui citada, a solubilidade do agente estabilizante em água é tal que não há ao menos separação de fase visível resultante da formação de ao menos duas camadas distintas do agente estabilizante e a composição aquosa e esse agente estabilizante é capaz de retardar a precipitação ou gelação na composição como um resultado do uso de agente estabilizante específico na quantidade especificamente usada. Em uma modalidade mais específica, o agente estabilizante pode ter uma solubilidade em água especificamente da completa miscibilidade a aproximadamente 1 por cento em peso, mais especificamente, de aproximadamente 50 a aproximadamente 2 por cento em peso e mais especificamente de aproximadamente 30 a aproximadamente 1 por cento em peso, as ditas porcentagens em peso sendo baseadas no peso total da composição.

[040]Em ainda outra modalidade adicional aqui citada, o retardo da precipitação ou gelação do condensado pode compreender a eliminação de qualquer precipitação ou gelação visível por um período de tempo da composição se comparado a uma composição equivalente exceto para o dito agente estabilizante que teria a dita precipitação ou gelação dentro do mesmo período de tempo.

[041]Em outra modalidade específica, um hospedeiro de agentes estabilizan-

tes pode ser mencionado como exemplificado. Em uma modalidade, alguns exemplos não limitantes de agentes estabilizantes incluem, por exemplo, alcoóis, glicóis, trióis, polióis, glicol éteres, ésteres, cetonas, pirrolidonas, ou poliétersilanos e combinações desses, já que o poliétersilano é diferente do silano organofuncional (a); e como indicado acima, já que o agente estabilizante é limitado a materiais que não são HAPs. Em uma modalidade, o poliéter silano é da fórmula geral  $R^6O(EO)_m-[CH_2]_n-Si-(OR)_3$  onde  $m$  é 1 a aproximadamente 20,  $n$  é 1 a 12 e  $R^6$  é um grupo orgânico linear, ramificado ou cíclico de 1 a aproximadamente 16 átomos de carbono, mais especificamente de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono e mais especificamente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono e EO é um grupo oxietileno. Em uma modalidade mais específica, o poliéter silano descrito acima é ao menos um da fórmula geral  $R^6O(EO)_{7,5}-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$ , ou  $R^6O(EO)_3-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$  onde (EO) é como definido,  $R^6$  é metila e (OMe) é um grupo metóxi. Em outra modalidade aqui citada, quaisquer um ou mais dos estabilizantes descritos aqui (agentes estabilizantes) podem ser usados em quaisquer das composições e/ou métodos descritos aqui.

[042]Em uma modalidade mais específica aqui citada, alguns exemplos não limitantes de estabilizantes específicos incluem, onde o agente estabilizante (b) é selecionado a partir do grupo que consiste de etanol, 1-propanol, 2-propanol, 2-metil-1-propanol, 2-metil-2-propanol 1-butanol, 2-butanol, 2-metil-1-butanol, 2-metil-2-butanol, 2,2-dimetil-1-propanol, 1-pentanol, 2-pentanol, 4-metil-2-pentanol, propileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butano diol, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-metil-2,4-pentanodiol, tetraetileno glicol, poli(etileno glicol), dipropileno glicol, tripropileno glicol, poli(propileno glicol), 1,5-pentanodiol, esterdiol 204, 2,2,4-trimetilpentanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, glicerol, trimetilopropano, trimetilolpropano alil éter, glicerol etoxilado, glicerol etoxilado – co – triol propoxilado, glicerol propoxilado, pentaetritol, 1-metóxi-2-propanol (propileno glicol metil éter), 1-etóxi-2-propano, 1-propóxi-2-

propanol, 1-butóxi-2-propanol, 2-butóxietanol, di(propileno glicol) butil éter, poli(propileno glicol) monobutil éter, di(propileno glicol) dimetiléter, acetato metílico, acetato etílico, lactato etílico, acetato de 2-metóxietila, acetato de 2-butóxietila, acetato de propileno glicol metil éter, acetato de propileno glicol etil éter, acetona, metil etil acetona, diacetona álcool,  $\text{MeO}(\text{EO})_{7,5}\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si}(\text{OMe})_3$ , onde MeO é metóxi e (EO) é como definido acima, e combinações desses.

[043]Em uma outra modalidade específica, o agente estabilizante quando usado em uma quantidade de aumento de estabilidade fornece um período de estabilidade para a dita composição que é ao menos duas vezes o de uma composição equivalente não tendo agente estabilizante adicionado. Em uma modalidade mais específica adicional, o agente estabilizante fornece um período de estabilidade para a dita composição, que é ao menos três vezes o de uma composição equivalente não tendo agente estabilizante adicionado. Em uma modalidade mais específica, o agente estabilizante fornece um período de estabilidade para a dita composição que é ao menos cinco vezes o de uma composição equivalente não tendo agente estabilizante adicionado. Em uma modalidade mais específica, o agente estabilizante fornece um período de estabilidade da composição de especificamente aproximadamente 1 hora a aproximadamente 5 anos, mais especificamente de aproximadamente 48 horas a aproximadamente 3 anos, ainda mais especificamente de 96 horas a aproximadamente 2 anos, e mais especificamente de aproximadamente 1 semana a aproximadamente 18 meses.

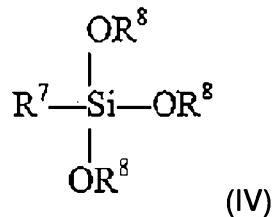
[044]Em outra modalidade, a frase “uma quantidade de aumento de estabilidade” deve ser entendida como sendo uma quantidade de agente estabilizante que fornece períodos de estabilidade definidos acima. Em uma modalidade mais específica, uma “quantidade de aumento de estabilidade” deve ser entendida como sendo uma quantidade de agente estabilizante que fornece o retardo de precipitação ou gelação do condensado em uma composição como descrita aqui, comparado a uma

composição equivalente que utiliza menos que tal quantidade do mesmo agente estabilizante. Entende-se que uma quantidade de aumento de estabilidade variará amplamente dependendo de fatores tais como o agente estabilizante, o alcóxisilano hidrolisável e outros componentes da composição como descrito aqui. Em uma modalidade aqui citada, entende-se que uma quantidade de aumento de estabilidade é qualquer quantidade adicional além de qualquer quantidade de agente estabilizante que pode ser gerada na hidrólise de silano organofuncional e aumentará a estabilidade da solução aquosa de condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional.

[045]Em outra modalidade aqui citada, as composições descritas aqui são substancialmente isentas de cromo e/ou fosfato. Em uma modalidade específica, as composições descritas aqui podem ter um alto ponto de fulgor. Em uma modalidade específica adicional, o alto ponto de fulgor pode compreender um ponto de fulgor de ao menos aproximadamente 21 graus Celsius, mais especificamente maior do que aproximadamente 25 graus Celsius, e mais especificamente maior do que aproximadamente 30 graus Celsius. Em uma modalidade aqui citada, o alto ponto de fulgor pode compreender quaisquer pontos de fulgor descritos no Pedido de Patente U.S. No. 2003/0041779, seu conteúdo é aqui incorporado na sua totalidade a título de referência.

[046]Em outra modalidade específica, adicionalmente, como um adjuvante opcional aos componentes acima, as composições e métodos descritos aqui podem incluir um composto C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi silano para fornecer ligações Si-O nas soluções de trabalho. Em outra modalidade específica, tais ligações Si-O podem compreender ligações Si-O-Si com o adjuvante e o silano(s) descritos aqui. Em outra modalidade específica, as composições e métodos descritos aqui podem incluir ao menos um composto C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi silano e mais especificamente ao menos dois compostos C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi silano. Em mais uma modalidade específica, esses compostos adjuvantes

podem ser representados pela fórmula (IV):



onde R<sup>7</sup> é um grupo hidrocarboneto monovalente tendo de 1 a 10 átomos de carbono, mais especificamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono e mais especificamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono, ou OR<sup>8</sup> e cada R<sup>8</sup> é independentemente escolhido a partir de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alquila. Em uma modalidade ainda mais específica, alguns exemplos não limitantes de fórmula (IV) pode ser, no presente, tetraetilortosilicato (TEOS) ou metiltrietoxisilano, mencionados. Em uma modalidade aqui citada, esses compostos de fórmula (IV) e outros abrangidos pela fórmula hidrolisarão em solução (tal como solução aquosa) para fornecer uma fonte de ligações Si-O. Em uma outra modalidade, a composição(ões) e método(s) podem ademais compreender água especificamente em adição a qualquer água presente na solução aquosa de óxido de cério descrita aqui.

[047]Em uma modalidade específica, no presente, alguns métodos exemplificados não limitantes descritos aqui compreendem contatar a superfície de metal desejada com uma solução aquosa compreendendo: (a) partículas de óxido de Si e/ou Ce, e (b) um composto de ureido silano. Em outra modalidade específica e como determinada acima, a solução pode incluir um agente estabilizante (c) e o adjuvante opcional (d).

[048]Em uma modalidade aqui citada, a composição descrita aqui pode conter solução aquosa de condensado parcial e/ou completo de silano organofuncional (a) em uma quantidade de especificamente aproximadamente 0,01 a aproximadamente 80, mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 60 e mais especificamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 40; e agente es-

tabilizante em uma quantidade de especificamente aproximadamente 1 a aproximadamente 50, mais especificamente de aproximadamente 2 a aproximadamente 40 e mais especificamente de aproximadamente 3 a aproximadamente 30; opcionalmente óxido coloidal em uma quantidade de especificamente aproximadamente 0,001 a aproximadamente 36, mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 25 e mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20; e, opcionalmente um adjuvante em uma quantidade de especificamente aproximadamente 0 a aproximadamente 15, mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10 e mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5 por cento em peso, as ditas porcentagens em peso sendo baseadas no peso total da composição. Em outra modalidade, os métodos descritos aqui podem usar as mesmas quantidades de composição descritas acima para a composição.

[049]Em uma modalidade mais específica, alguns exemplos não limitantes de composições de solução exemplificadas são aquelas que são substancialmente cromadas e/ou especificamente substancialmente isentas de fosfato e incluem:

(a) 0,01 a 36% em peso, mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 25% em peso, e mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20% em peso de óxido de metal coloidal ou partículas de solução de sílica;

(b) 0,01 a 80% em peso, mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 70% em peso, e mais especificamente de aproximadamente 3 a aproximadamente 60% em peso de ureido silano e formas hidrolisadas desse;

(c) percentual de aditivo (agente) de estabilização opcional em uma quantidade de aproximadamente 0 a 25% em peso, mais especificamente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20% em peso, e mais especificamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 15% em peso; e

(d) composto C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> alcóxi silano opcional ou hidrolisado desse em uma quantidade de aproximadamente 0 a 25% em peso, mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 20% em peso, e mais especificamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 15% em peso; o restante sendo predominantemente água e quantidades mínimas de agentes de ajustamento de pH, as ditas quantidades mínimas de agentes de ajustamento de pH sendo especificamente de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 1,2, mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 1,0 e mais especificamente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,6 por cento em peso. Em uma modalidade, o peso da composição(ões) (tal como especificamente a composição descrita aqui) é, no total, 100 por cento em peso. Todas as porcentagens em peso expressas aqui devem ser entendidas como sendo baseadas no peso total da composição a menos que indicado de outra forma. Em outra modalidade aqui citada, o pH das composições de solução (tal como as composições de solução descritas aqui) pode especificamente estar na faixa de aproximadamente 1 a 7, mais especificamente de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 e mais especificamente de aproximadamente 3 a aproximadamente 5.

[050]Em uma modalidade mais específica, são fornecidas composições tendo a seguinte faixa (em % em peso) dos componentes:

- (a) 0,001 a 10% em peso de partículas de óxido de Si e/ou Ce;
- (b) 3 a 60% em peso de ureido silano ou forma hidrolisada desse;
- (c) 1 a 15% em peso de agente estabilizante e
- (d) 1 a 15% em peso de adjuvante,

o restante predominantemente água e quantidades menores de agentes de regulação (ajustamento) de pH, sendo que as quantidades menores são equivalentes às quantidades mínimas descritas acima para agentes de ajustamento de pH. Em uma modalidade aqui descrita, as composições descritas aqui tendo componen-

tes nas quantidades percentuais em peso notadas estão presentes em tais quantidades percentuais em peso baseadas no percentual em peso combinado total das composições (por exemplo, 100 por cento em peso).

[051]Em uma modalidade mais específica aqui citada, a superfície de metal requisitada, (que, por exemplo, pode ser quaisquer uma ou mais das descritas aqui), pode ser tratada pelo tratamento em aspersão, imersão, ou aplicações laminadas. Em ainda outra modalidade, o tratamento (tal como o tratamento descrito aqui) é seco, e a superfície de metal está pronta para pintura ou outras aplicações de revestimento.

[052]Em outra modalidade, as composições e/ou métodos descritos aqui podem ser usados para fornecer um revestimento por conversão ou passivação para metais tais como aço e alumínio, onde o dito revestimento aperfeiçoa a aderência a revestimentos adicionais neste tal como o exemplo não limitante de tinta, e igualmente, fornece proteção contra corrosão aperfeiçoada para os ditos metais. Em ainda outra modalidade, os metais tratados pelas composições e/ou método aqui citados podem ser usados em aplicações comerciais e industriais de lâminas de metal revestido tal como metal laminado usado em construção e seus similares.

[053]Em ainda outra modalidade específica, o tratamento por conversão ou passivação descrito aqui é aplicado à superfície de metal tratada para resultar em um peso de revestimento por conversão de mais de aproximadamente 0,5 miligrama por pé quadrado (5 mg por metro quadrado) da superfície de metal com um peso de aproximadamente 2 a 500 miligramas por pé quadrado (21,5 a 5.400 mg/metro quadrado) sendo mais específico e com um peso mais específico de aproximadamente 3 a aproximadamente 300 miligramas por pé quadrado (32 a aproximadamente 3.200 mg por metro quadrado). Em uma modalidade específica para uso em aplicações comerciais, as soluções de trabalho compreendendo concentrações de aproximadamente 1 a 100% em peso, mais especificamente 5 a 70% em peso, e mais

especificamente de aproximadamente 5 a aproximadamente 50% em peso das formulações acima (composições) são usadas para contatar as superfícies de metal desejadas, com base no peso total das aplicações comerciais.

[054]Em outra modalidade, os poluentes do ar perigosos (HAPS) tal como o exemplo não limitante de MeOH são removidos do processo de mistura (método) no qual o ureido silano, e solução de cério (aquosa) são primeiramente misturados. Em outra modalidade, após a remoção de quantidade substancial do MeOH ou outros voláteis formados via essa mistura, os agentes estabilizantes e opcionalmente água, são adicionados à mistura reacional para aperfeiçoar a estabilidade do produto. Em uma modalidade específica, os agentes estabilizantes, especialmente aqueles com um ponto de ebulição acima do da água, podem também ser adicionados antes da remoção do MeOH e/ou outros voláteis. O metanol é um poluente do ar perigoso (HAP) e composto orgânico volátil (VOC).

[055]Em uma modalidade específica, como determinado acima, é fornecido um método para tratar as superfícies de um metal para fornecer a formação de um revestimento por conversão ou passivação em uma superfície de metal compreendendo contatar a dita superfície de metal com uma composição de solução aquosa estabilizada compreendendo (a) solução aquosa compreendendo partículas de óxido coloidal, (b) um composto ureido silano e (c) um agente estabilizante, o dito agente estabilizante (c) sendo adicionado antes ou em seguida à remoção de subprodutos de hidrólise voláteis resultantes da mistura de (a) e (b). Em ainda uma modalidade específica adiciona, o metanol ou outros voláteis que são removidos da composição de solução aquosa descrita acima podem ser os subprodutos da hidrólise de ureido silano, tal como o exemplo não limitante dos subprodutos da hidrólise de ureido silano tendo a fórmula geral (II) que é descrita acima, mais especificamente  $\gamma$ -ureidopropiltrimetoxisilano.

### Exemplos

[056]A descrição será agora descrita em conjunto com os exemplos seguintes que são considerados como sendo ilustrativos de certas modalidades da descrição, mas não deveriam ser vistos para restringir a descrição. Todos os percentuais aqui citados são percentuais em peso baseados no peso total da mistura a menos que de outra forma indicado.

#### Exemplo 1

[057]As seguintes formulações foram avaliadas para examinar o desempenho da mistura de silano e óxido de metal coloidal. As soluções de pré-tratamento foram preparadas misturando-se um silano, óxido de cério coloidal e água (Tabela 1A).

Tabela 1A

	Exemplos Comparativos			Ex	Ex
	A1	B1	C1	D1	E1
Aminopropiltrimetoxissilano	5%	5%	5%		
Ureidopropiltrimetoxissilano				5%	5%
Óxido de cério coloidal (20%)			2%		2%
Sílica coloidal (34%)		2%			
Água	95%	93%	93%	95%	93%
pH	6	6	6	3	3

[058]Ex é Exemplo e é fornecido para diferenciar dos exemplos comparativos. Painéis do Advanced Coatings Laboratories (ACT) foram usados: aço laminado a frio (CRS) e aço eletrolítico galvanizado (EG) EZ60/60. Os painéis foram processados como segue:

[059]Os painéis foram limpos – Kleen 182 disponível a partir da General Electric Water Process and Technology (GEWPT) via imersão a 48,89° C (120° F), tempo de contato de 3 minutos, (CRS), ou 1 minutos (EG).

[060]Os painéis foram enxaguados – água desionizada (DI) inundada sobre o painel até que uma superfície isenta de quebra de água foi obtida.

[061]Os painéis foram secos com ar comprimido em temperatura ambiente.

[062]Os painéis foram pré-tratados – painel imerso na solução por 5 segundos (segs.) (CRS) e 30 segundos (EG) em temperatura ambiente.

[063]Os painéis foram destinados a ter a solução de tratamento esgotada do painel por 30 segundos.

[064]Os painéis foram secos – usam pistola de ar quente para secar a solução na superfície do painel.

[065]Os painéis foram pintados com White Polycron III (AG452W3223) disponível a partir da PPG Industries. A tinta foi aplicada e curada pelas especificações do fabricante. Após a pintura, os painéis foram submetidos a Teste de Aspersão de Sal normal (NSS) de acordo com ASTM B-117 por 96 horas e avaliado para compressão a partir do anotador em milímetros de acordo com ASTM D 1654 (Tabela 1B). O desempenho foi comparado aos pré-tratamentos com fosfato de zinco e ferro padrão de indústria disponível a partir do ACT.

Tabela 1B

## Exposição NSS

## Compressão em milímetros (mm)

Formulação	EG 96 horas	CRS 96 horas
A1 Comparativo	5	5
B1 Comparativo	3	3
C1 Comparativo	5	2
Ex D1	0,7	0,7
Ex E1	0,5	0,4
Controle – vedação de cromo/fosfato de ferro	0,6	0,5
Controle – vedação de cromo/fosfato de zinco	0,6	0,3

## Exemplo 2

[066]As seguintes formulações foram preparadas para comparar o desempenho de uma variedade de silanos. As soluções de pré-tratamento foram preparadas misturando-se silano, óxido de cério coloidal (20% ativo e acetato estabilizado),

sílica coloidal, e água (Tabela 2A). Os painéis de Advanced Coatings Laboratories (ACT) foram usados – aço laminado a frio (CRS) e aço galvanizado imerso a quente G70/70 (HDG). Os painéis foram processados como segue:

[067]Os painéis foram limpos – 3% Kleen 132 (comercialmente disponível a partir de GEWPT), 54,44° C (130° F), aplicado por aspensão (10 segundos para HDG, 30 segundos para CRS)

[068]Os painéis foram enxaguados – 5 segundos, água da rede pública

[069]Os painéis foram enxaguados – 5 segundos, água DI

[070]Os painéis foram secos por sopro para remover a água da superfície.

[071]Então, a aplicação de fiação dos pré-tratamentos foi feita – aproximadamente 30 a 40 mililitros (mls) de solução de pré-tratamento foi inundada na superfície de um painel. O painel foi tecido tal que o material em excesso foi removido via força centrífuga. Uma pistola de ar quente foi então usada para secar a solução de pré-tratamento restante na superfície de metal.

[072]Os painéis pré-tratados foram pintados como segue:

[073]HDG – foi pintado com PPG Truform ZT2 Preto 3MB72689I disponível a partir da PPG Industries.

[074]CRS – foi pintado com Branco de Luminária da Akzo Nobel PW8R30708

[075]As tintas foram aplicadas e curadas pela especificação do fabricante fornecida pelo fabricante.

[076]Os painéis pintados foram então submetidos a teste de aspensão de sal normal (NSS) por ASTM B117. Os painéis foram então avaliados para resistência à corrosão via a medição dos milímetros de compressão a partir de um anotador, no número de horas de exposição à aspensão de sal, como indicado via ASTM D1654 (Tabela 2B).

Tabela 2A

## Formulações

	Ex	Ex	Ex	Ex	Ex	Exemplos Comparativos		Ex
	A2	B2	C2	D2	E2	F2	G2	H2
% em peso de CeO <sub>2</sub> (20%)	2		2	2	2	2	2	2
% em peso de Silquest A-1524	2,5	2,5	1,3	1,7	1,9			
% em peso de Cabosperse A205	1	1	1	1	1	1	1	1
Silquest A-1100			1,3	0,9	0,7			
Silquest A-1637						2,5		
Silquest A-1110							2,5	
Silquest A-186								2,5
Água	94,5	96,5	94,4	94,4	94,4	94,5	94,5	94,5

[077]Nota – para amostras B2 a G2, ácido acético foi adicionado para ajustar o pH da solução de tratamento para 4,0 a 4,3.

[078]Cabosperse A205 – 12% de sílica coloidal ativa disponível a partir de Cabot Corporation.

[079]Silquest A-1524 – gama-ureidopropiltrimetoxissilano disponível a partir da GE Silicones.

[080]Silquest A-1100 – gama-aminopropiltriethoxissilano disponível a partir da GE Silicones.

[081]Silquest A-186 – beta-(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxissilano disponível a partir da GE Silicones.

[082]Silquest A-1637 – gama-aminopropiltrimetoxissilano disponível a partir da GE Silicones.

[083]MeO(EO)<sub>7,5</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-Si-(OMe)<sub>3</sub> é Silquest A-1524 onde MeO é metóxi e (EO) é um grupo oxietileno.

Tabela 2B

Exposição NSS

## mm de compressão

Formulação	HDG	HDG	CRS	CRS
	168 horas	336 horas	168 horas	336 horas
Ex A2	0,8	2,3	2,1	5,3
Ex B2	7,4	10,1	2,2	6,1
Ex C2	20+	NA	3,85	NA
Ex D2	20+	NA	4,2	NA
Ex E2	20+	NA	4,0	NA
F2 comparativo	20+	NA	8,5	NA
G2 comparativo	20+	NA	20+	NA
Ex H2	20+	NA	20+	NA

NA – taxa não está disponível. O painel foi removido do teste em tempo de exposição anterior.

## Exemplos 3 e 4

[084] Para demonstrar a capacidade dos agentes estabilizantes aperfeiçoarem a estabilidade do gama-ureidopropiltrimetoxisilano Silquest A-1524 disponível a partir da GE Silicones mais pré-tratamento baseado em óxido de cério coloidal da Rhodia, soluções concentradas foram preparadas com e sem a adição de agentes estabilizantes e monitoradas para determinar quantos dias passam até que precipitação ou gelificação da solução ocorra. (Tabelas 3 e 4). O equilíbrio das soluções é água.

Tabela 3

## Efeitos Estabilizantes de Aditivos

Amostra	% A-1524	% CeO <sub>2</sub>	Aditivo	% Aditivo	Aparência				
					Inicial	21 dias	45 dias	3,4 meses	6,4 meses
A3	15	5	Nenhum	0	Solução amarela	Precipitado *			
B3	15	5	EtOH	15	Solução amarela	Solução amarela	Solução amarela	Solução amarela	Solução amarela
C3	15	5	EtOH	10	Solução amarela	Solução amarela	Leve névoa	gel	

D3	15	5	EtOH	5	Solução amarela	Solução amarela	Precipitado *		
E3	15	5	Dowanol PM	5	Solução amarela	Solução amarela	Solução leitosa	Precipitado *	
F3	15	5	Propileno glicol	5	Solução amarela	Solução amarela	Precipitado *		
G3	15	5	Propileno glicol	10	Solução amarela	Solução amarela	Leve névoa	Leve névoa	translúcida

\* precipitado com líquido claro no topo

Dowanol PM é 1-metóxi-2-propanol

EtOH é etanol

[085]As amostras A3, B3, C3, D3, E3, F3 e G3 são todos exemplos, exceto que A3 omite a presença de agente estabilizante.

CeO<sub>2</sub> é uma dispersão coloidal a 20% de partículas de oxido de cério em água.

#### Exemplo 4

[086]Para expandir os agentes estabilizantes que podem produzir uma solução aquosa estável, amostras adicionais foram preparadas (Tabela 4). Como no Exemplo 3, as soluções foram monitoradas para determinar o número de dias até que precipitação ou gelificação ocorresse. O equilíbrio das soluções é água.

Tabela 4

#### Efeito de Agentes Estabilizantes Adicionais

	% A-1524	% CeO <sub>2</sub>	Aditivo	% Aditivo	Inicial	1 dia	17 dias	50 dias	3,5 meses	6 meses
A4	15	5	EtOH	5	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	precipitado		
B4	15	5	EtOH	10	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	translúcida	translúcida	Solução opaca
C4	15	5	Acetona	5	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	translúcida	opaca	Solução branca leitosa
D4	15	5	Acetato metílico	5	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	precipitado		
E4	15	5	A-1230	5	Amarelo	Amarelo	Amarelo	Amarelo	Amarelo	Solução

					claro	claro	claro	claro	claro	amarela clara
F4	15	5	Dowanol PM	5	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	translúcida	precipitado	
G4	15	5	Dowanol PM	10	Amarelo claro	Amarelo claro	translúcida	translúcida	translúcida	Solução translúcida
H4	15	5	Nenhum	0	Amarelo claro	Amarelo claro	precipitado			
I4	15	5	A-1110	5	Branco le	Precipitado com solução clara				
J4	15	5	A-1100	5	Branco leitoso	Precipitado com solução leitosa				
K4	15	5	A-1110	1,5	Branco leitoso	Gel branco				
L4	15	5	A-1100	1,8	Branco leitoso	Gel branco				

[087]A-1230 é um poliéter silano disponível a partir da GE Silicones

[088]A-1110 é gama-aminopropiltrimetoxisilano disponível a partir da GE Silicones

[089]A-1100 é gama-aminopropiltriethoxisilano disponível a partir da GE Silicones

[090]Dowanol PM é predominantemente 1-metóxi-2-propanol disponível a partir da Dow Chemical

[091]CeO<sub>2</sub> é uma dispersão coloidal a 20% de partículas de óxido de cério em água

[092]Todos os exemplos A4, B4, C4, D4, E4, F4, G4, H4, I4, J4, K4, e L4 na tabela 4 são exemplos, exceto que H4, I4, J4, K4 e L4 omitem o agente estabilizante ou usam outro além do agente estabilizante descrito aqui.

#### Exemplo 5

[093]De modo a minimizar a presença de poluentes do ar perigosos e intensificar a estabilidade das soluções de CeO<sub>2</sub>/ureidosilano de acordo com a invenção, o metanol formado na hidrólise de  $\gamma$ -ureidopropiltrimetoxisilano foi removido. Assim, 150 gramas de Silquest A-1524 ( $\gamma$ -ureidopropiltrimetoxisilano) disponível a partir da

GE Silicones, 50 gramas de solução de acetato de  $\text{CeO}_2$  coloidal (20 por cento em peso de dispersão aquosa coloidal disponível a partir da Rhodia), e 10 gramas de Silquest A-1230 (poliéter silano) disponível a partir da GE Silicones foram misturados em uma jarra de 0,946 litros (32 onças) por 20 minutos. Após a mistura, 365 gramas de água DI foram adicionados com agitação seguida pela adição de 25,4 gramas de 2-metil-2,4-pentanodiol (hexileno glicol, HG). O metanol foi removido da mistura reacional em um frasco de fundo redondo em aproximadamente  $40^\circ \text{C}$  e 150-60 mm Hg seguido por difusão com nitrogênio por um período de 18 horas em temperatura ambiente para obter 362 gramas de uma solução amarela clara. Isso indicou que 238 gramas de material, presumidamente metanol e água, foram removidos. 138 gramas de água DI foram então adicionados para resultar em uma solução aquosa contendo o composto ureidopropilsilano ativo (equivalente em teor de silano a uma solução aquosa a 30% do  $\gamma$ -ureidopropiltrimetoxisilano),  $\text{CeO}_2$  a 10% (20% de sólidos), e hexileno glicol a 5%.

[094]15 gramas de 1-metóxi-2-propanol (Dowanol PM) foram então adicionados, e essa mistura foi analisada e concluiu-se conter somente metanol a 0,3% (MeOH). O teor percentual de não voláteis foi determinado como sendo 26,8% por ASTM D-2369.

[095]As seguintes formulações foram preparadas para avaliar o impacto dos agentes estabilizantes no desempenho da solução de silano + óxido de cério coloidal.

#### Exemplo 6

[096]Os concentrados de pré-tratamento foram preparados misturando-se o silano, acetato de óxido de cério coloidal disponível a partir da Rhodia, água e aditivos (Dowanol PM, 2-metil-1,3-propanodiol, 2-metil-2,4-pentanodiol, Silquest A-1230 disponível a partir da GE Silicones) via o procedimento descrito no Exemplo 5 (Tabela 6A).

Tabela 6A

	6A	6B	6C	6D	6E
Ureidopropiltrimetoxisilano	30%	30%	30%	30%	30%
Óxido de cério coloidal (20%)	10%	10%	10%	10%	10%
2-metil-1,3-propanodiol	10%		5%		
2-metil-2,4-pentanodiol		10%		10%	5%
Dowanol PM	3%	3%	3%	3%	3%
Silquest A-1230				2%	
Água	47%	47%	52%	45%	52%

[097]Aço laminado a frio da ACT Laboratories (CRS) e aço galvanizado imerso a quente G70 (HDG) disponível a partir da ACT Laboratories e liga de alumínio 3105 de Q Panel disponível a partir da Q Panel foram processados como segue:

[098]Os painéis foram limpos – Kleen 132 a 54,44° C (130° F), 5 seg de aspersão para HDG, 30 segundos de aspersão para CRS, e 5 segundos de aspersão para alumínio.

[099]Os painéis foram enxaguados – água DI, 5 segundos

[0100]Os painéis foram secos com ar em temperatura ambiente

[0101]Os painéis foram pré-tratados – concentrados de pré-tratamento foram diluídos com água DI a 10% em peso e aplicados via revestimento laminado reverso.

[0102]Os painéis foram secos – usando pistola de ar quente para secar a solução na superfície do painel.

[0103]Os painéis de aço laminado a frio foram pintados com um branco para luminárias (PW8R30708) da Akzo Nobel Coatings; painéis de alumínio foram pintados com um poliéster branco termofixo (91101-76441) da Valspar Corporation; e painéis galvanizados por imersão a quente foram pintados com Truform ZT2 preto (3MB72689I) da PPG Industries. A tinta foi aplicada e curada pelas especificações do fabricante fornecidas pelo fabricante. Após a pintura, os painéis de CRS e HDG foram submetidos a Teste de Aspersão de Sal Normal (NSS) de acordo com ASTM B-117 por 336 horas e 500 horas respectivamente. Os painéis de alumínio foram

submetidos a Aspersão de Sal com Ácido Acético (AASS) de acordo com ASTM B117-97, Apêndice I por 500 horas. Todos os painéis foram então avaliados para compressão a partir do anotador em milímetros (mm) de acordo com ASTM D 1654 (Tabelas 6B, C, D).

Tabela 6B  
CRS com exposição a NSS  
Compressão em mm

Formulação	CRS 336 horas
6A	3,20
6B	2,50
6C	2,80
6D	4,40
6E	2,20
Vedação de cromo/fosfato de ferro (Permatreat 2102/Chemseal 7750) disponível a partir de GEWPT	7,70
Sem Enxágue à base de cromo (Permatreat 1510) disponível a partir da GEWPT	2,2
Sem enxágue à base de cromo-multimetálico (Permatreat 1500) disponível a partir de GEWPT	7,9

Tabela 6C  
HDG com exposição a NSS  
Compressão em mm

Formulação	HDG 500 horas
6A	2,65
6B	1,08
6C	2,93
6D	4,60
6E	1,65
Vedação de cromo/fosfato de zinco (Permatreat 2325/Chemseal 7750) disponível a partir de GEWPT	1,4

Sem enxágue à base de cromo-multimetálico (Permatreat 1500) disponível a partir de GEWPT	2,2
--	-----

Tabela 6D

## Alumínio com exposição a AASS

## Compressão em mm

Formulação	Alumínio 500 horas
6A	1,25
6B	1,58
6C	1,25
6D	1,15
6E	1,25
Sem enxágue à base de cromo-multimetálico (Permatreat 1500)	0,03

[0104]O exemplo 7 abaixo descreve o uso de óxido de cério coloidal estabilizado com nitrato ao invés de óxido de cério estabilizado com acetato.

## Exemplo 7

[0105]A solução foi preparada a partir de gama-ureidopropiltriétoxissilano e  $\text{CeO}_2$  coloidal estabilizado com nitrato.

[0106]A um frasco de fundo redondo de 2 litros foram adicionados 450 gramas de gama-ureidopropiltriétoxissilano fundido que foi sintetizado no laboratório. O  $\text{CeO}_2$  coloidal estabilizado com nitrato (150 gramas) disponível a partir da Rhodia foi lentamente adicionado ao silano com boa mistura. Após a agitação por 1,5 horas, 350 gramas de água desionizada aquecida foram adicionados e a mistura foi agitada durante o fim de semana. 550 gramas de água desionizada foram então adicionados.

[0107]A 320 gramas da mistura mencionada acima foram adicionados 20 gramas de 2-metil-2,4-pentanodiol (hexileno glicol). 30 gramas adicionais de água desionizada foram adicionados, então a mistura foi extraída a aproximadamente 60° C, e aproximadamente 740 mmHg por 1,5 horas. Baseado no peso do material no

fim, 125 gramas de material, presumidamente metanol e água, foram removidos. Água desionizada, 75 gramas, foi adicionada para obter uma solução aquosa contendo gama-ureidopropiltriétoxissilano a 30% disponível a partir da Rhodia e CeO<sub>2</sub> a 10% (20% de sólido). A análise GC concluiu que essa amostra contém 0,65% de etanol (EtOH) em peso total da amostra.

#### Exemplo 8

[0108]Esse exemplo mostra que uma solução aquosa não contendo VOCs pode ser preparado.

[0109]A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltriétoxissilano disponível a partir da GE silicones e CeO<sub>2</sub> coloidal estabilizado com acetato disponível a partir da Rhodia e Silquest A-1230, um poliéter silano disponível a partir da GE Silicones.

[0110]A um jarro de boca grande de 8 onças foram adicionados 15 gramas de Silquest A-1524 disponível a partir da GE Silicones, 5 gramas de solução de CeO<sub>2</sub> coloidal estabilizada com acetato disponível a partir da Rhodia, 5 gramas de Silquest A-1230 disponível a partir da GE Silicones e 75 gramas de água desionizada. Após agitação descoberto na tampa por 4 dias, um líquido viscoso de 20 gramas foi obtido. À jarra foram adicionados 80 gramas de água desionizada para obter um líquido claro. O teor de metanol foi menor de 0,001%. A aparência dessa solução aquosa contendo silano foi inalterada em um período de mais de 24 meses.

#### Exemplo 9

[0111]Esse é um exemplo comparativo. A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltrimetoxissilano Silquest A-1524 disponível a partir da GE Silicone, solução de sílica Cab-O-Sperse A205 e glicol MPDIOL™ disponível a partir de Lyondell Chemical Company. A um recipiente adequado foram adicionados 30 gramas de Silquest® A-1524 (gama-ureidopropiltrimetoxissilano) disponível a partir de GE Silicones, 10 gramas de CAB-O-Sperse A-205 disponível a partir da Cabot Corporation,

100 gramas de água desionizada, e 10 gramas de glicol MPDIOL™ para obter uma solução turva após a mistura. A mistura foi então dispersa por 48 horas para remover o metanol liberado a partir da hidrólise de Silquest A-1524. A dispersão resultou na remoção de 55 gramas de material, presumidamente metanol e água, a partir da mistura, deixando 95 gramas de uma solução branca leitosa com algum sólido branco. Dois dias depois, o teor inteiro da dita mistura se tornou um gel sólido branco.

#### Exemplo 10

[0112]A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltrimetoxisilano Silquest A-1524 disponível a partir da GE Silicones, a solução de CeO<sub>2</sub> disponível a partir da Rhodia e glicol MPDIOL™.

[0113]A um recipiente adequado foram adicionados 30 gramas de Silquest® A-1524 (gama-ureidopropiltrimetoxisilano) disponível a partir da GE Silicones, 10 gramas de acetato de óxido de cério coloidal disponível a partir da Rhodia, 100 gramas de água desionizada, e 10 gramas de glicol MPDIOL™ para obter uma solução amarela clara. A mistura foi então dispersa com nitrogênio por três dias para remover o metanol liberado a partir da hidrólise de Silquest A-1524. A dispersão resultou na remoção de 104 gramas de material, presumidamente metanol e água, da mistura deixando 46 gramas de um líquido viscoso amarelo após a qual, 49 gramas de água desionizada foram adicionados à mistura restante para obter um líquido amarelo claro. Esse líquido permaneceu inalterado após 21 dias.

#### Exemplo 11

[0114]Esse é um exemplo comparativo. A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltrimetoxisilano Silquest A-1524 e disponível a partir da GE Silicones, solução de sílica Cab-O-Sperse A205 disponível a partir da Cabot Corporation e glicol MPDIOL™.

[0115]A um recipiente adequado foram adicionados 30 gramas de Silquest® A-1524 (gama-ureidopropiltrimetoxisilano) disponível a partir da GE Silicones, 10

gramas de solução de sílica CAB-O-Sperse A-205 disponível a partir da Cabot Corporation, 100 gramas de água desionizada, e 10 gramas de glicol MPDIOL™ para obter uma solução turva após a mistura. A mistura foi então dispersa em nitrogênio por 44 horas para remover o metanol liberado a partir da hidrólise de Silquest A-1524. A dispersão resultou na remoção de 86,5 gramas de material, presumidamente metanol e água, da mistura, deixando 63,5 gramas de uma solução branca leitosa com algum sólido branco. Água desionizada, 11,5 gramas, foi adicionada para obter uma solução leitosa. Dois dias mais tarde, o teor inteiro da dita mistura se tornou um gel sólido branco.

#### Exemplo 12

[0116]A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltrimetoxisilano Silquest A-1524 e disponível a partir de GE Silicones, solução de CeO<sub>2</sub> disponível a partir de Rhodia e glicol MPDIOL™.

[0117]A um recipiente adequado foram adicionados 30 gramas de Silquest® A-1524 (gama-ureidopropiltrimetoxisilano) disponível a partir da GE Silicones, 10 gramas de acetato de óxido de cério coloidal disponível a partir da Rhodia, 100 gramas de água desionizada, e 10 gramas de glicol MPDIOL™ para obter uma solução amarela clara. A mistura foi então dispersa em nitrogênio por 44 horas para remover o metanol liberado a partir da hidrólise de Silquest A-1524. A dispersão resultou na remoção de 81 gramas de material, presumidamente metanol e água, da mistura deixando 69 gramas de um líquido amarelo após a qual, 6 gramas de água desionizada foram adicionados à mistura restante para obter um líquido amarelo claro. Esse líquido permaneceu como líquido amarelo após 16 dias.

#### Exemplo 13

[0118]A solução preparada a partir de gama-ureidopropiltrimetoxisilano e 2-metil-1,3-pentanodiol (hexileno glicol).

[0119]A um recipiente adequado foram adicionados 36 gramas de Silquest®

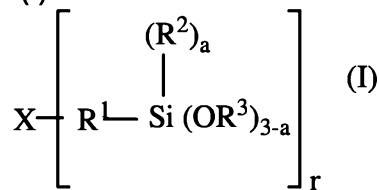
A-1524 (gama-ureidopropiltrimetoxisilano), e 55,5 gramas de água desionizada que foi acidificada com ácido acético para pH 3,5. Após a mistura, o pH da solução aquosa revelou-se ser 4,1. 60 gramas adicionais de água desionizada regular foram adicionados seguidos por 15 gramas de hexileno glicol (2-metil-1,3-pentanodiol). A mistura sem cor clara foi então dispersa em nitrogênio por 6 dias para remover o metanol liberado a partir da hidrólise de Silquest A-1524. A dispersão resultou na remoção de 120,9 gramas de material, presumidamente metanol, água e algum hexileno glicol, da mistura deixando 45,7 gramas de um líquido que tinha duas camadas. A esse líquido de duas camadas foram adicionados 6,7 gramas de 1-metóxi-2-propanol, 15,3 gramas de hexileno glicol e 50 gramas de água desionizada para obter um líquido claro que foi estável por mais de 18 meses.

[0120]Enquanto a invenção foi descrita em detalhes em conjunto com modalidades específicas dessa, dever-se-ia entender prontamente que a invenção não é limitada a tais modalidades descritas. De preferência, a invenção pode ser modificada para incorporar qualquer número de variações, alterações, substituições ou arranjos equivalentes não descritos até agora, mas que corresponde ao espírito e escopo da invenção. Consequentemente, a invenção não está limitada pela seguinte descrição.

## REIVINDICAÇÕES

1. Composição estável para tratamento de uma superfície de metal para formar um revestimento de conversão ou passivação sobre a mesma, **CARACTERIZADA** pelo fato de que a dita composição compreende:

(a) uma solução aquosa de condensado completo ou parcial de silano organofuncional tendo a fórmula geral (I):



em que R<sup>1</sup> é um grupo orgânico divalente linear, ramificado ou cíclico de 1 a 12 átomos de carbono formando uma ponte estável entre o grupo organofuncional X e o grupo sililo; cada ocorrência de R<sup>2</sup> é independentemente alquila, alquila substituída com alcoxi, arila, ou aralquila, todos de 1 a 16 átomos de carbono; cada ocorrência de R<sup>3</sup> é independentemente hidrogênio, acetil, alquila ou alquila substituída com alcoxi, todos especificamente de 1 a 16 átomos de carbono; X é um grupo ureído de valência r, incluindo grupos funcionais mono-, di ou polivalentes; r é um número inteiro de 1 a 4; e a é um número inteiro de 0 a 2, que é suscetível à formação de gel e/ou precipitação e contém, após remoção dos poluentes do ar perigosos da solução aquosa de condensado completo ou parcial de silano organofuncional, em que a referida remoção é alcançada através de aspersão com um gás inerte ou alcançada pela utilização de pressão reduzida e/ou destilação, menos que 1% em peso de poluentes do ar perigosos, a dita percentagem em peso com base no peso total da composição, em que a dita solução aquosa não é estável;

(b) pelo menos um agente estabilizante, selecionado a partir do grupo consistindo em álcool, glicol, triol, polioli, éter glicol, éster, cetona, pirrolidona e poliéter silano, em uma quantidade de 1 a 50% em peso, a dita percentagem em peso com base no peso total da composição, que estabiliza a solução aquosa (a); e

(c) óxido de metal coloidal, em que a dita composição é uma composição estável.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que  $r$  é um número inteiro de 2 a 4.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o silano organofuncional (a) é selecionado a partir do grupo consistindo em gama-ureidopropiltrimetóxisilano, gama-ureidopropiltriétoxisilano, gama-ureidopropildimetóxiétoxisilano, gama-ureidopropilmetóxiétoxisilano, gama-ureidopropilmetildimetóxiétoxisilano, gama-ureidopropilmetiltriétoxisilano e gama-ureidopropilmetildimetóxiétoxisilano.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o agente estabilizante (b) é pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em álcoois, glicóis, trióis, polióis, éteres glicol, e poliéter silanos.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 4, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o poliéter silano é da fórmula geral  $R^6O(EO)_m-[CH_2]n-Si-(OR)_3$  onde  $m$  é 1 a 20,  $n$  é 1 a 12 e  $R^6$  é um grupo orgânico linear, ramificado ou cíclico de 1 a 16 átomos de carbono e EO é um grupo oxietileno.

6. Composição, de acordo com a reivindicação 5, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o poliéter silano é pelo menos um da fórmula geral  $R^6O(EO)_{7,5}-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$ , ou  $R^6O(EO)_3-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$  onde  $R^6$  é metila e (OMe) é um grupo metóxi.

7. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o agente estabilizante (b) é selecionado a partir do grupo que consiste em etanol, 1-propanol, 2-propanol, 2-metil-1-propanol, 2-metil-2-propanol 1-butanol, 2-butanol, 2-metil-1-butanol, 2-metil-2-butanol, 2,2-dimetil-1-propanol, 1-pentanol, 2-pentanol, 4-metil-2-pentanol, propileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butano diol, 2-metil-

1,3-propanodiol, 2-metil-2,4-pentanodiol, tetraetileno glicol, poli(etileno glicol), dipropileno glicol, tripropileno glicol, poli(propileno glicol), 1,5-pentanodiol, esterdiol 204, 2,2,4-trimetilpentanodiol, 2-etil-1,3-hexanodiol, glicerol, trimetilolpropano, trimetilolpropano alil éter, glicerol etoxilado, glicerol etoxilado – co – triol propoxilado, glicerol propoxilado, pentaetritol, 1-metóxi-2-propanol (propileno glicol metil éter), 1-etóxi-2-propanol, 1-propóxi-2-propanol, 1-butóxi-2-propanol, 2-butóxietanol, di(propileno glicol) butil éter, poli(propileno glicol) monobutil éter, di(propileno glicol) dimetiléter, acetato metílico, acetato etílico, lactato etílico, acetato de 2-metóxi-2-etila, acetato de 2-butóxietila, acetato de propileno glicol metil éter, acetato de propileno glicol etil éter, acetona, metil etil acetona, diacetona álcool,  $\text{MeO}(\text{EO})_{7,5}\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si}(\text{OMe})_3$ , onde MeO é metóxi e (EO) é um grupo oxietileno; e combinações desses.

8. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o óxido de metal coloidal (c) é óxido de cério.

9. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que a dita composição tem menos que 10% em peso de compostos orgânicos voláteis, as ditas percentagens em peso baseiam-se no peso total da composição.

10. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que o dito agente estabilizante fornece um período de estabilidade para a dita composição que é de 1 hora a 5 anos.

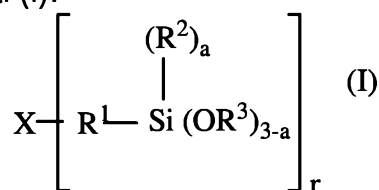
11. Composição estável, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que compreende ainda um adjuvante que é um alcóxisilano diferente do silano organofuncional (a).

12. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **CHARACTERIZADA** pelo fato de que compreende de 0,01 a 80% em peso de silano organofuncional (a) e de 0,001 a 36% em peso de óxido de metal coloidal (c).

13. Processo para tratamento de uma superfície de metal para formar um

revestimento de conversão ou passivação sobre a mesma, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende colocar em contato a dita superfície de metal com uma composição estável, como definida na reivindicação 1, para tratamento de uma superfície de metal para formar um revestimento de conversão ou passivação sobre a mesma, a dita composição compreendendo:

(a) uma solução aquosa de condensado completo ou parcial de silano organofuncional tendo a fórmula geral (I):



em que R<sup>1</sup> é um grupo orgânico divalente linear, ramificado ou cíclico de 1 a 12 átomos de carbono que forma uma ponte estável entre o grupo organofuncional X e o grupo sililo; cada ocorrência de R<sup>2</sup> independentemente é alquila, alquila substituída com alcoxi, arila ou aralquila, todos de 1 a 16 átomos de carbono; cada ocorrência de R<sup>3</sup> independentemente é hidrogênio, acetila, alquila ou alquila substituída com alcoxi, todos especificamente de 1 a 16 átomos de carbono; X é um grupo ureído de valência r, incluindo grupos funcionais mono-, di ou polivalentes; r é um número inteiro de 1 a 4; e a é um número inteiro de 0 a 2, que é suscetível à formação de gel e/ou precipitação e que contém, após remoção dos poluentes do ar perigosos da solução aquosa de condensado completo ou parcial de silano organofuncional, em que a referida remoção é alcançada através de aspensão com um gás inerte ou alcançada pela utilização de pressão reduzida e/ou destilação, menos que 1% em peso de poluentes do ar perigosos, a dita percentagem em peso com base no peso total da composição, e onde a dita solução aquosa não é estável;

(b) pelo menos um agente estabilizante selecionado do grupo que consiste em álcool, glicol, triol, polioli, éter glicol, éster, cetona, pirrolidona e poliéter silano, em uma quantidade de 1 a 50% em peso, a dita percentagem em peso com base no

peso total da composição, que estabiliza a solução aquosa (a); e

(c) óxido de metal coloidal, em que a dita composição é uma composição estável.

14. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o agente estabilizante (b) é pelo menos um membro selecionado a partir do grupo que consiste em álcoois, glicóis, trióis, polióis, glicol éteres, ésteres, cetonas, pirrolidonas e poliéter silanos.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 14, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o poliéter silano é da fórmula geral  $R^6O(EO)_m-[CH_2]n-Si-(OR)_3$  onde m é 1 a 20, n é 1 a 12 e  $R^6$  é um grupo orgânico linear, ramificado ou cíclico de 1 a 16 átomos de carbono e EO é um grupo oxietileno.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 15, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o poliéter silano é pelo menos um da fórmula geral  $R^6O(EO)_{7,5}-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$ , ou  $R^6O(EO)_3-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(OMe)_3$  onde  $R^6$  é metila e (OMe) é um grupo metóxi.

17. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o óxido de metal é óxido de cério.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que a dita composição contém menos que 10% em peso de compostos orgânicos voláteis, a dita percentagem em peso com base no peso total da composição.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CHARACTERIZADO** pelo fato de que o dito agente estabilizante fornece um período de estabilidade para a dita composição que é de 1 hora a 5 anos.