



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

(11) BR 112012031395-9 B1



(22) Data do Depósito: 08/06/2011

(45) Data de Concessão: 28/04/2020

(54) Título: MÉTODO PARA MELHORAR A RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE UM SUBSTRATO METÁLICO

(51) Int.Cl.: C23C 18/12.

(30) Prioridade Unionista: 08/06/2010 US 61/352,541.

(73) Titular(es): HENKEL AG & CO. KGAA.

(72) Inventor(es): KIRK KRAMER; LISA K. SALET; SHAWN E. DOLAN; PATRICK A. SCALERA.

(86) Pedido PCT: PCT US2011039539 de 08/06/2011

(87) Publicação PCT: WO 2011/156438 de 15/12/2011

(85) Data do Início da Fase Nacional: 10/12/2012

(57) Resumo: REVESTIMENTO SOL-GEL RESISTENTE À CORROSÃO E COMPOSIÇÃO E PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO. A presente invenção refere-se a uma composição de revestimento e um método para revestir substratos metálicos para resistência à corrosão. Em pelo menos uma modalidade, a composição de revestimento compreende ácido, acetato de metal, organossilano e água.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
"MÉTODO PARA MELHORAR A RESISTÊNCIA À CORROSÃO DE
UM SUBSTRATO METÁLICO".

Antecedentes da Invenção

1. Campo da Invenção

[001] Em pelo menos uma modalidade, a presente invenção se refere a um revestimento de superfície sol-gel que confere resistência à corrosão. Em outras modalidades, a presente invenção se refere a uma composição de revestimento sol-gel e um processo para a fabricação e utilização da composição de revestimento sol-gel.

2. Técnica Anterior

[002] Os revestimentos sol-gel têm sido utilizados como revestimentos de conversão para alumínio e outros substratos metálicos como substratos ferrosos e de zinco. Um uso particular de revestimentos sol-gel tem sido na indústria aeroespacial. Por exemplo, os revestimentos sol-gel têm sido aplicados a substratos específicos para essa indústria, como ligas de alumínio e de titânio, como um promotor de adesão entre o substrato subjacente e um primer de pintura, tal como um primer epóxi. Além de ser um promotor de adesão, os revestimentos sol-gel podem proporcionar boa resistência à corrosão, particularmente em substratos de alumínio, quando o revestimento é cozido.

[003] Típicos sistemas de cozimento sol-gel são 100°C a 250°C. No entanto, quando os revestimentos sol-gel são utilizados em aeronaves, revestimentos sol-gel típicos não são particularmente adequados, uma vez que não é considerado vantajoso expor substratos de aeronaves a temperaturas necessárias para atingir o cozimento. Os mesmos revestimentos sol-gel que têm boa resistência à corrosão a elevadas temperaturas de cozimento tendem a não ter um bom desempenho quando curados em condições ambiente, tal

como a temperatura ambiente, que é a temperatura preferida para a cura de uma composição utilizada na parte externa de uma aeronave.

[004] Por conseguinte, seria vantajoso proporcionar um revestimento sol-gel que pode ter uma favorável resistência à corrosão quando curado a temperaturas inferiores a 100°C e, de preferência, próximo da temperatura ambiente. Além disso, seria também desejável que tal revestimento tivesse um bom desempenho de resistência à corrosão a elevadas temperaturas de cura.

Sumário da Invenção

[005] Verificou-se que certas composições sol-gel aquosas que contêm ácido, acetato de metal e organossilano fornecem revestimentos sol-gel que podem ter uma resistência à corrosão favorável quando curados a temperaturas inferiores a 100°C, tal como a temperatura ambiente.

[006] Em pelo menos uma modalidade, a presente invenção compreende uma composição sol-gel que compreende ácido, acetato de metal, organossilano, água e opcionalmente um tensoativo. Nesta modalidade, a composição sol-gel compreende 1,75 - 8,0 por cento em peso de ácido, 1,5 - 8,0 por cento em peso de acetato de metal, 10 - 50 por cento em peso de organossilano, 35 - 90 por cento em peso de água e 0 - 1 por cento em peso de tensoativo. Em outra modalidade, a composição sol-gel compreende 2 - 4,0 por cento em peso de ácido, 1,75 - 4,0 por cento em peso de acetato de metal, 10 - 25 por cento em peso de organossilano, 65 - 88 por cento em peso de água e 0 - 0,25 por cento em peso de tensoativo. Salvo indicação em contrário, estas e outras percentagens em peso se baseiam em princípios ativos.

[007] Em uma modalidade preferida, a presente invenção compreende uma composição sol-gel que compreende ácido acético glacial, acetato de metal, glicidoxipropil trimetóxi silano, água e opcionalmente um tensoativo. Nesta modalidade, o acetato de metal

pode ser ou um acetato de zircônio, ou acetato de magnésio, ou uma combinação destes. Nesta modalidade, a composição sol-gel compreende 1,75 - 8,0 por cento em peso de ácido acético glacial, 1,5 - 8,0 por cento em peso de acetato de metal, 10 - 50 por cento em peso de um epóxi silano, tal como glicidoxipropil trimetóxi silano, 35 - 90 por cento em peso de água e 0 - 1 por cento em peso de tensoativo. Em outra modalidade, a composição sol-gel compreende 2 - 4,0 por cento em peso de ácido acético glacial, 1,75 - 4,0 por cento em peso de acetato de metal, 10 - 25 por cento em peso de um epóxi silano, 65 - 88 por cento em peso de água e 0 - 0,25 por cento em peso de tensoativo.

[008] De acordo com várias modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	1,75 a 8,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,5 a 8,0
Organossilano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[009] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	2,0 a 4,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,75 a 4,0
Organossilano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0010] De acordo com várias modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	1,75 a 8,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,5 a 8,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[0011] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	2,0 a 4,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,75 a 4,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0012] De acordo com várias modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	1,75 a 8,0
Acetato de Magnésio (sólidos)	1,5 a 8,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[0013] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal,

em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	2,0 a 4,0
Acetato de Magnésio (sólidos)	1,75 a 4,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0014] De acordo com outra modalidade, a composição de revestimento pode opcionalmente incluir um solvente, especialmente para auxiliar na fluidez e capacidade de umedecimento da composição. Nesta modalidade, a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	1,5 a 8,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,5 a 8,0
Organossilano	10 a 50,0
Água	35 a 88
Tensoativo	0 a 0,25
Solvente	3 a 25,0

[0015] De acordo com várias modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	2,0 a 4,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,75 a 4,0
Organossilano	10 a 25,0
Água	55 a 88
Tensoativo	0 a 1
Solvente	6,0 a 12,0

[0016] As composições de revestimento podem ser aplicadas em qualquer superfície adequada, como metais e compósitos, em

qualquer forma adequada. Em pelo menos uma modalidade, a composição revestida é aplicada por pulverização sobre substratos de alumínio. Geralmente, a composição de revestimento é preparada através da combinação da água com o ácido, o acetato de metal, o solvente, e opcionalmente com um tensoativo e, em seguida, dentro de 15 a 60 minutos de utilização, o silano é adicionado para permitir o começo da hidrólise do silano. As composições de revestimento são deixadas secar ao ar à temperatura ambiente. Qualquer espessura de revestimento adequada pode ser utilizada, no entanto, verificou-se que a espessura de revestimento de 0,6 - 2,5 microns tem funcionado particularmente bem.

[0017] Várias modalidades da presente invenção incluem composições de trabalho para utilização direta no revestimento de metais, bem como concentrados, a partir dos quais estas composições úteis podem ser preparadas por diluição com água e/ou mistura com outros concentrados quimicamente distintos. Várias modalidades da presente invenção incluem também processos para o tratamento de metais com uma composição de acordo com a invenção, e podem incluir etapas adicionais que são convencionais *per se*, como lavagem, revestimento de conversão e/ou pintura, ou outro processo semelhante de repintura que põe em prática um revestimento de proteção que contém um aglutinante orgânico sobre a superfície metálica tratada de acordo com uma modalidade mais restrita da presente invenção. Os artigos de fabricação, incluindo superfícies tratadas de acordo com um processo da presente invenção, também estão dentro do âmbito da invenção.

Descrição Detalhada da(s) Modalidade(s) Preferida(s)

[0018] Referência será feita agora em detalhes às composições presentemente preferidas, modalidades e métodos da presente invenção, os quais constituem os melhores modos de praticar a

invenção presentemente conhecida para os inventores. No entanto, deve ser entendido que as modalidades descritas são meramente exemplificativas da presente invenção que pode ser realizada de diversas formas e alternativas. Por conseguinte, detalhes específicos aqui revelados não devem ser interpretados como limitadores, mas meramente como uma base representativa para qualquer reivindicação posterior e/ou como uma base representativa para ensinar um versado na técnica a empregar de forma variada a presente invenção.

[0019] Exceto nos exemplos, ou onde expressamente indicado de outro modo, todas as quantidades numéricas nesta descrição indicando quantidades de material ou as condições de reação e/ou uso devem ser entendidas como modificadas pela palavra "cerca de" na descrição do âmbito mais amplo da invenção. Exceto quando expressamente indicado, todas as percentagens em peso aqui devem ser entendidas com base no percentual de sólidos. A prática dentro dos limites numéricos estabelecidos é geralmente preferida. Além disso, a menos que expressamente estabelecido em contrário: por cento, "partes de" e valores de razão são em peso; a descrição de um grupo ou classe de materiais como adequado ou preferido para um dado propósito em conexão com a invenção implica que misturas de quaisquer dois ou mais dos membros do grupo ou classe são igualmente adequadas ou preferidas; a descrição de constituintes em termos químicos se refere aos constituintes no momento da adição de qualquer combinação especificada na descrição, e não exclui necessariamente as interações químicas entre os constituintes de uma mistura uma vez misturados; a especificação de materiais em forma iônica implica a presença de contra-íons suficientes para produzir neutralidade elétrica para a composição como um todo, e quaisquer contra-íons assim implicitamente especificados deverão ser de

preferência selecionados dentre os outros componentes explicitamente especificados na forma iônica, na medida do possível; caso contrário, tais contra-íons podem ser livremente selecionados, exceto para evitar contra-íons que atuam negativamente para os objetivos da presente invenção, o termo "mol" significa "molécula grama", "mol" e as suas variações podem ser aplicadas na presente invenção para espécies iônicas ou quaisquer outras espécies químicas com números e tipos definidos de átomos, bem como a substâncias químicas com moléculas convencionais bem definidas; a primeira definição de uma sigla ou outra abreviatura se aplica a todas as utilizações subsequentes aqui da mesma abreviatura e se aplica *mutatis mutandis* a variações gramaticais normais da abreviatura inicialmente definida e, a menos que expressamente indicado em contrário, a medição de uma propriedade é determinada pela mesma técnica anteriormente ou posteriormente referenciada para a mesma propriedade.

[0020] Em pelo menos uma modalidade, a presente invenção compreende uma composição sol-gel compreendendo ácido, acetato de metal, água, organossilano e opcionalmente um tensoativo. Nesta modalidade, a composição sol-gel compreende pelo menos, em ordem de preferência crescente, 1,75; 1,8; 1,9; 2,0; 2,1; 2,25; 2,5; 2,75; 3,0 ou 3,5 por cento em peso de ácido e não mais do que, em ordem crescente de preferência, cerca de 8,0; 7,5; 7,0; 6,5; 6,0; 5,5; 5,0; 4,5 ou 4,0 por cento em peso de ácido; pelo menos, em ordem de preferência crescente, de 1,5; 1,6; 1,7; 1,75; 1,8; 1,9; 2,0; 2,1; 2,25; 2,5; 2,75; 3,0 ou 3,5 por cento em peso de acetato de metal e não mais do que, em ordem crescente de preferência, de cerca de 8,0; 7,5; 7,0; 6,5; 6,0; 5,5; 5,0; 4,5 ou 4,0 por cento em peso de acetato de metal; pelo menos, em ordem de preferência crescente, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 23, 24 ou 25 por cento em peso de organossilano e não mais do que, em ordem crescente de preferência, 50, 45, 40, 35, 30,

29, 28, 27 ou 26 por cento em peso de organossilano, pelo menos, em ordem de preferência crescente, 35, 40, 45, 50, 55, 60 ou 65 por cento em peso de água e não mais do que, em ordem crescente de preferência, 90, 85, 80, 75, 70, 68 ou 66 por cento em peso de água; e 0 - 1 por cento em peso de tensoativo. Em geral, quando tensoativo facultativo é usado, ele está presente em uma quantidade de pelo menos, em ordem de preferência crescente, 0,001; 0,01; 0,1; 0,2 ou 0,25 por cento em peso e não mais do que, em ordem crescente de preferência, 1; 0,75; 0,50 ou 0,30 por cento em peso. Em uma modalidade, a composição sol-gel compreende 2 - 4,0 por cento em peso de ácido; 1,75 - 4,0 por cento em peso de acetato de metal; 10 - 25 por cento em peso de organossilano; 65 - 88 por cento em peso de água e 0 - 0,25 por cento em peso de tensoativo.

[0021] Em pelo menos uma modalidade, o pH da composição é de 2,5 - 5, em outras modalidades 3 - 4, e em ainda outras modalidades 3,2 -3,5.

[0022] Qualquer ácido adequado pode ser usado. Em pelo menos uma modalidade, ácido acético glacial é preferido. Em outras modalidades, ácido fluorozircônico, ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico e suas combinações podem ser utilizados ou em complemento, ou em substituição a ácido acético glacial.

[0023] Qualquer acetato de metal adequado pode ser usado. Em pelo menos uma modalidade, verificou-se que acetatos de metal com um número de oxidação igual ou superior a 2 são particularmente adequados. Em uma modalidade particularmente preferida, o acetato de metal é acetato de zircônio ou acetato de magnésio, no entanto, deve ser entendido que acetatos de outros metais, como cobalto, cromo, manganês e lítio, podem ser utilizados.

[0024] Qualquer organossilano apropriado pode ser utilizado. Em pelo menos certas modalidades, verificou-se que organossilanos que

são hidrolisáveis à temperatura ambiente são particularmente adequados. Em pelo menos uma modalidade, o organossilano é um epóxi silano ou um silano amina.

[0025] Embora possa ser utilizado qualquer epóxi silano adequado, exemplos de alguns adequados incluem, mas não estão limitados a, glicidoximetiltrimetoxissilano, 3-glicidoxipropiltrihidroxissilano, 3-glicidoxipropil-dimetilhidroxissilano, 3-glicidoxipropiltrimetoxissilano, 3-glicidoxipropil trietoxissilano, 3-glicidoxipropildimetoximetsilano, 3-glicidoxipropildimetil-metoxissilano, 3-glicidoxipropiltributoxissilano, 1,3-bis(glicidoxipropil)tetrametildissiloxano, 1,3-bis(glicidoxipropil)tetrametoxidissiloxano, 1,3-bis (glicidoxipropil)-1,3-dimetil-1,3-dimetoxidissiloxano, 2,3-epoxipropil-trimetoxissilano, 3,4-epoxibutil-trimetoxissilano, 6,7-epoxiheptil-trimetoxis-silano, 9,10-epoxideciltrimetoxissilano, 1,3-bis(2,3-epoxipropil) tetrametoxidissiloxano, 1,3-bis(6,7-epoxiheptil)tetrametoxidissiloxano, 2-(3,4-epoxiciclohexil) etiltrimetoxissilano e semelhantes.

[0026] Qualquer silano amina adequado pode ser utilizado. Exemplos de silanos amina adequados incluem, mas não estão limitados a, 3-aminopropil-trimetoxissilano e 3-aminopropil trietoxissilano.

[0027] Deve ser entendido que outros componentes sol-gel convencionais, como solventes, inibidores de corrosão, antiespumantes, estabilizadores de UV, diluentes, plastificantes e pigmentos como são conhecidos na técnica, podem ser incluídos na composição.

[0028] Embora possa ser utilizado qualquer solvente adequado, verificou-se em pelo menos certas modalidades que etileno glicol monobutil éter é um solvente particularmente adequado. Outros solventes adequados incluem aqueles que encontraram utilidade

particular em tecnologias de revestimento à base água. Exemplos de outros solventes apropriados incluem, mas não estão limitados a álcoois, como metanol e etanol, glicois, como dipropileno glicol, e éteres de glicol, como propileno glicol monobutil éter e dipropileno glicol monobutil éter.

[0029] Em uma modalidade preferida, a presente invenção compreende uma composição sol-gel que compreende ácido acético glacial, acetato de metal, glicidoxipropil trimetóxi silano, água e opcionalmente um tensoativo. Nesta modalidade, o acetato de metal é o acetato de zircônio, acetato de magnésio, ou uma combinação destes. Nesta modalidade, a composição sol-gel compreende 1,75 - 8,0 por cento em peso de ácido acético glacial; 1,5 - 8,0 por cento em peso de acetato de metal; 10 - 50 por cento em peso de um epóxi silano, tal como glicidoxipropil trimetóxi silano, 35 - 90 por cento em peso de água e 0-1 por cento em peso de tensoativo. Em outra modalidade, a composição sol-gel compreende 2 - 4,0 por cento em peso de ácido acético glacial; 1,75 - 4,0 por cento em peso de acetato de metal, 10 - 25 por cento em peso de um epóxi silano; 65 - 88 por cento em peso de água e 0 - 0,25 por cento em peso de tensoativo.

[0030] De acordo com várias modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	1,75 a 8,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,5 a 8,0
Organossilano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[0031] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal,

em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	2,0 a 4,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,75 a 4,0
Organossilano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0032] De acordo com diversas modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	1,75 a 8,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,5 a 8,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[0033] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	2,0 a 4,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,75 a 4,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0034] De acordo com diversas modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente

consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	1,75 a 8,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,5 a 8,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 50,0
Água	35 a 90
Tensoativo	0 a 1

[0035] De acordo com diversas outras modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	2,0 a 4,0
Acetato de Zircônio (sólidos)	1,75 a 4,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 25,0
Água	65 a 88
Tensoativo	0 a 0,25

[0036] De acordo com outra modalidade, a composição de revestimento pode opcionalmente fornecer um solvente, especialmente para auxiliar na fluidez e capacidade de umedecimento da composição. Nesta modalidade, a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	1,5 a 8,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,5 a 8,0
Organossilano	10 a 50,0
Água	35 a 88
Tensoativo	0 a 0,25
Solvente	0 a 40

[0037] De acordo com ainda outra modalidade, a composição de

revestimento pode opcionalmente fornecer um solvente, especialmente para auxiliar na fluidez e capacidade de umedecimento da composição. Nesta modalidade, a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido	2,0 a 4,0
Acetato de Metal (sólidos)	1,75 a 4,0
Organossilano	10 a 25,0
Água	55 a 88
Tensoativo	0 a 0,25
Solvente	5 a 15

[0038] De acordo com diversas modalidades da invenção, é uma composição aquosa para revestimento de substratos de metal, como de alumínio e suas ligas, em que a composição aquosa compreende, de preferência consiste essencialmente em, e mais preferivelmente consiste em:

Componente	Percentagem em Peso
Ácido Acético Glacial	2,0 a 4,0
Acetato de Magnésio (sólidos)	1,75 a 4,0
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	10 a 25,0
Água	55 a 88
Tensoativo	0 a 1
Solvente	6,0 a 12,0

[0039] As composições de revestimento podem ser aplicadas em qualquer forma adequada sobre qualquer superfície de metal adequado, de qualquer maneira adequada. Em pelo menos uma modalidade, a composição de revestimento é aplicada por pulverização sobre substratos de alumínio. Em outra modalidade, a composição de revestimento é aplicada por pulverização sobre um

revestimento resistente à corrosão sobre um substrato de metal. Nesta modalidade, verificou-se que a composição de revestimento é particularmente eficaz como uma vedação para revestimentos resistentes à corrosão de óxido de metal sobre substratos de liga de alumínio. Nesta modalidade, embora possa ser utilizado qualquer óxido de metal adequado, óxidos de metal de Ti, Zr, Si, Al, Ge e B são os preferidos, com Ti, Zr, Al e Si sendo um pouco mais preferidos, e Ti e Zr sendo os mais preferidos. Verificou-se que a utilização da composição de revestimento como uma vedação para ligas revestidas com óxido (resistentes à corrosão) é particularmente eficaz no aumento da resistência à corrosão do substrato subjacente, especialmente substratos de ligas de alumínio contendo cobre, como AA2024-T3.

[0040] A composição de revestimento pode ser preparada de qualquer maneira adequada. Em uma modalidade, a composição de revestimento pode ser em geral preparada através da combinação da água com o ácido, com o acetato de metal e opcionalmente com um tensoativo e, em seguida, dentro de 15 a 60 minutos de utilização, o silano é adicionado para permitir o início da hidrólise do silano. As composições de revestimento são deixadas secar ao ar à temperatura ambiente. Qualquer espessura de revestimento adequado pode ser utilizada, no entanto, verificou-se que espessuras de revestimento de 0,6 - 2,5 mícrons têm funcionado particularmente bem.

[0041] Em uma concretização particular, a composição sol-gel é fornecida como um produto de 2 componentes (2K). A primeira parte (parte A) é composta pela maior parte da fórmula, incluindo o ácido e o acetato de metal. A segunda parte (parte B) compreende o silano e opcionalmente quaisquer componentes que não negativamente afetam a estabilidade da Parte B, por exemplo, aqueles que não causam a hidrólise do silano. Essas duas partes são mantidas separadas até

pouco antes da aplicação. Após a mistura, o silano começa a hidrólise e a mistura é aplicada ao substrato.

[0042] Em uma modalidade, a fórmula geral em peso, em gramas, é a seguinte:

Parte A	Água DI	84,2
	Ácido Acético Glacial	3,25
	Tensoativo	0,05
	Acetato de Zircônio (vários acetatos de metal podem ser usados aqui, como Zr ou Mg.)	12,5

Parte B	Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	20
---------	----------------------------------	----

[0043] O que segue é um processo exemplar para a composição da Parte A:

1. Adicionar água a um recipiente limpo e iniciar agitador;
2. Adicionar ácido acético glacial e mistura durante 5 minutos;
3. Adicionar tensoativo e misturar durante 5 minutos;
4. Adicionar acetato de zircônio e misturar durante 15 minutos.

A ordem de adição não é crítica neste produto. No entanto, em uma modalidade, prefere-se que o ácido seja adicionado à água, em vez do contrário.

[0044] No caso de acetato de magnésio, ele deve ser adicionado à água de modo que se dissolva (é um material sólido em bruto).

[0045] A parte B pode ser adicionada à Parte A e misturada. Uma vez que o produto é misturado, ele deve ser permitido um tempo de indução de 30 minutos, novamente misturado e depois utilizado.

[0046] A seguir estão modalidades particularmente preferidas de fórmulas sol-gel normalizadas a peso de fórmula total de 100 gramas ou uma porção de metal.

À Base de Zircônio			
	Parte A	Peso (g)	Peso %
Água DI		84,2	70,17
Ácido Acético Glacial		3,25	2,71
Tensoativo		0,05	0,04
Acetato de Zircônio (cerca de 25% de sólidos em solução à base d'água)		12,5	10,42
Parte B			
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano		20	16,67
Total		120	100

À Base de Magnésio			
	Parte A		
Água DI		94,47	78,73
Ácido Acético Glacial		3,25	2,71
Tensoativo		0,05	0,04
Acetato de Magnésio		2,23	1,86
Parte B			
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano		20	16,67
Total		120	100

[0047] Em pelo menos outra modalidade, a composição adequada compreende:

Componente	% em peso
Água DI	37,26 - 84,91
Ácido Acético Glacial	1,91 - 7,98
Tensoativo	0,00 - 0,04
Acetato de Metal (sólidos)	1,84 - 7,68
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	11,29 - 47,05

[0048] A prática da invenção pode ser ainda apreciada por consideração dos exemplos de trabalho a seguir, não limitantes.

Exemplos

Exemplo 1

[0049] Uma amostra de um sol-gel foi feita dos componentes a seguir, nas seguintes quantidades:

Componente	Peso (gramas)
Água DI	152,564
Solução de hidróxido de Acetato de Zircônio (Solução a 25%)	37,59
Ácido Acético Glacial	9,75
Tensoativo	0,096
Total - Parte 1	200,000
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano - Parte 2	57,54
Total	257,54

[0050] Um painel foi preparado por limpeza de painéis AA2024-T3 com Turco 6849 (concentração a 20%, a 54°C (130 °F)), durante 10 minutos), e desoxidação com Deoxalume 2310 (concentração a 15%, temperatura ambiente, durante 5 minutos). A amostra foi feita aproximadamente 30 minutos antes de usar, para manter o “tempo de indução” igual, e para permitir o começo da hidrólise dos silanos. Após 30 minutos, o revestimento foi aplicado com um frasco vaporizador ao painel e deixado secar ao ar em condições ambiente (cerca de 23°C (73 °F)) durante 7 dias.

[0051] Depois dos 7 dias, a amostra foi submetida a 168 horas de pulverização de sal ASTM B117 e avaliada quanto à percentagem total de corrosão. A amostra teve boa proteção contra corrosão.

Exemplo 2

[0052] Vários níveis de magnésio de acetato entre 2,5 e cerca de 10 gramas por aproximadamente 220 gramas do total de sol-gel foram testados como mostrado abaixo:

Componentes	(peso em gramas)			
	A	B	C	D
Água DI	168,4	168,4	168,4	168,4
Acetato de Magnésio (sólidos)	2,5	4	5	6
Ácido Acético Glacial	6,5	6,5	6,5	6,5
Tensoativo a 10%	1	1	1	1
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	38,36	38,36	38,36	38,36

[0053] A tabela abaixo enumera percentuais em peso dos componentes da tabela imediatamente anterior:

Componente	% em peso			
	A	B	C	D
Água DI	77,69	77,16	76,80	76,46
Acetato de Magnésio (sólidos)	1,15	1,83	2,28	2,72
Ácido Acético Glacial	3,00	2,98	2,96	2,95
Tensoativo a 10%	0,46	0,46	0,46	0,45
Glicidoxipropil Trimetóxi Silano	17,70	17,58	17,49	17,42
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

[0054] Os resultados abaixo indicam que as amostras parecem boas quanto a ambas as propriedades de secagem a ar e anticorrosiva de cozimento:

	Secagem ao ar, 72 h		110°C (230 F), 30 minutes, 168 h	
	Resultados SS		Resultados SS	
Amostra	Painel 1	Painel 2	Painel 1	Painel 2
A	75 cavidades	75 cavidades	10 cavidades	10 cavidades
B	75 cavidades	75 cavidades	25 cavidades	15 cavidades
C	100 cavidades	100 cavidades	25 cavidades	25 cavidades
D	200 cavidades	200 cavidades	100 cavidades	100 cavidades

Exemplo 3

[0055] Revestimentos de óxido de metal, como óxido de titânio e óxido de zircônio, são bons revestimentos resistentes à corrosão sobre

a maior parte das ligas de alumínio. No entanto AA2024-T3, devido ao elevado teor de cobre, é mais um desafio. Verificou-se, como será demonstrado pelo exemplo a seguir, que a vedação do substrato AA2024-T3 revestido de óxido de metal com um produto sol-gel permite ao processo total superar os requisitos de corrosão necessários para aplicações AA2024-T3. A vedação com sol-geis com base nesta tecnologia pode oferecer uma melhoria significativa sobre outros tipos de técnicas de vedação.

[0056] Painéis revestidos com óxido de metal foram preparados em painéis AA2024-T3 (20 cm por 7 cm (8 polegadas por 3 polegadas)). Os painéis foram revestidos com 4 variações de uma formulação sol-gel, principalmente variação de concentração.

[0057] As variações de fórmulas podem ser vistas na tabela abaixo:

Componente	Peso (g)			
	A - Controle	B – 2X	C – 5X	D – 15X
Ácido Acético Glacial	0,65	1,3	3,25	9,75
Água DI	196,748	193,592	184,124	152,564
Tensoativo	0,096	0,096	0,096	0,096
Solução de hidróxido de acetato de zircônio	2,506	5,012	12,53	37,59
Total – Parte 1	200	200	200	200
Total – Parte 2	3,836	7,672	19,18	57,54

[0058] Cada um desses revestimentos foi aplicado sobre o óxido de metal em AA2024-T3. Em seguida, algumas amostras foram deixadas secar ao ar e em seguida curadas em um forno a 100°C durante 30 minutos (cozidas), e algumas foram colocadas directamente no forno (cozidas) após aplicação de sol-gel. Os painéis são identificados como a seguir:

A - Composição A aplicada sobre óxido de metal e seca ao ar verticalmente antes do cozimento;

B - Composição B aplicada sobre óxido de metal e seca ao ar verticalmente antes do imento

C - Composição C aplicada sobre óxido de metal e seca ao ar verticalmente antes do cozimento;

D - Composição D aplicada sobre óxido de metal e seca ao ar verticalmente antes do cozimento;

E - Nenhum revestimento sol-gel aplicado. Este é um painel de óxido de metal de controle sobre AA2024-T3;

F - Composição D aplicada sobre óxido de metal e seca ao ar horizontalmente antes do cozimento;

G - Composição A aplicada sobre óxido de metal e diretamente colocado no forno verticalmente para cozimento;

H - Composição B aplicada sobre óxido de metal e diretamente colocada no forno verticalmente para cozimento;

I - Composição C aplicada sobre óxido de metal e diretamente colocada no forno verticalmente para cozimento;

J - Composição D aplicada sobre óxido de metal e diretamente colocada no forno verticalmente para cozimento.

[0059] Depois que as sol-geis foram aplicadas, os painéis foram submetidos a 500 horas em uma câmara de pulverização de sal de acordo com ASTM B117. Os painéis não foram classificados quanto a cavidades de corrosão, visto que as cavidades não são geralmente tão evidentes na superfície dos revestimentos de óxido de metal como são em alumínio. Os resultados foram registados quanto à corrosão (ou descoloração) e uma avaliação qualitativa do grau de corrosão foi feita. Os resultados são observados como se segue:

A - Corrosão geral sobre todo o painel, não localizada em uma área;

B - Corrosão principalmente na parte inferior do painel, ou na área do painel que tinha um revestimento sol-gel ligeiramente mais

fino devido ao fluxo de revestimento enquanto pendurado verticalmente;

C - Sem corrosão no painel;
D - Sem corrosão no painel;
E - Corrosão sobre todo o painel;
F - Sem corrosão no painel;
G - corrosão geral sobre todo o painel, não localizada em uma área;

H - corrosão principalmente na parte inferior do painel, ou a área do painel que tinha um revestimento sol-gel ligeiramente mais fino devido ao fluxo de revestimento enquanto pendurado verticalmente;

I - Sem corrosão no painel; e
J - Sem corrosão no painel.

[0060] As amostras C e D de sol-gel pareceram proporcionar uma boa vedação sobre os painéis AA2024-T3 revestidos com óxido de metal, independentemente se os painéis foram secos ao ar na vertical ou na horizontal, e independentemente se eles foram secos ao ar ou foram diretamente para o cozimento após a aplicação da sol-gel.

[0061] Os painéis revestidos com sol-gel proporcionaram proteção contra corrosão a pelo menos 500 horas de pulverização salina. Isto é além do desempenho de pulverização salina de óxido de metal apenas sem uma vedação de sol-gel sobre tais substratos.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para melhorar a resistência à corrosão de um substrato metálico que compreende alumínio e cobre e possui um revestimento de óxido de metal selecionado a partir de óxidos de metal de Ti e Zr, caracterizado pelo fato de que compreende:

fornecer uma composição sol-gel organo aquosa, compreendendo:

1,75 a 8,0 por cento em peso de um ácido;

1,5 a 8 por cento em peso de um acetato de metal selecionado a partir de acetato de zircônio, acetato de magnésio ou uma combinação dos mesmos;

10 a 50 por cento em peso de um organossilano;

0 a 1 por cento em peso de um tensoativo, e

35 a 90 por cento em peso de água;

depositar a composição sobre o óxido de metal para formar uma vedação sobre o revestimento de óxido, em que a etapa de depositar a composição compreende a pulverização da composição sobre o revestimento de óxido, e

permitir que a composição seque para formar um revestimento sol-gel sobre o substrato.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o ácido da composição compreende ácido acético glacial.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o organossilano da composição compreende glicidoxipropil trimetóxi silano.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o pH da composição está entre 2,5 e 5.

5. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o revestimento sol-gel que está disposto sobre o

revestimento de óxido metálico possui uma espessura de 0,6 a 2,5 microns.