

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 80200451.5

51 Int. Cl.³: **C 23 F 3/04**

22 Date de dépôt: 14.05.80

30 Priorité: 25.05.79 **FR 7913556**

71 Demandeur: **SOLVAY & Cie (Société Anonyme)**, Rue du Prince Albert, 33, B-1050 Bruxelles (BE)

43 Date de publication de la demande: 10.12.80
Bulletin 80/25

72 Inventeur: **Tytgat, Daniel**, Avenue de Janvier 23, B-1200 Bruxelles (BE)
Inventeur: **Rochus, Raymond**, Rue Théo Toussaint 35, B-5800 Gembloux (BE)
Inventeur: **Marechal, Michel**, Avenue des Coccinelles 3, B-1170 Bruxelles (BE)

84 Etats contractants désignés: **AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE**

74 Mandataire: **Eischen, Roland**, Solvay & Cie Département de la Propriété Industrielle Rue de Ransbeek 310, B-1120 Bruxelles (BE)

54 **Bain pour le polissage chimique de surfaces en acier.**

57 L'invention concerne un bain pour le polissage chimique de surfaces en acier.

Le bain comprend, en solution aqueuse, d'une part un mélange (1—6 N) d'acides phosphorique, chlorhydrique et nitrique dont les normalités, divisées par la normalité globale du mélange, sont respectivement comprises entre 0,05 et 0,80, 0,15 et 0,90, 0,001 et 0,80 et, d'autre part, un éther de cellulose; du chlorure d'alkylpyridinium et de l'acide sulfosalicylique dont les concentrations (g/l) sont respectivement comprises entre 0,3 et 0,7, 0,15 et 0,45, 0,15 et 0,40 fois la normalité du mélange d'acides.

Le bain s'applique notamment au polissage chimique de surfaces en acier allié au chrome et au nickel.

EP 0 019 964 A1

- 1 -

Bain pour le polissage chimique de surfaces en acierCas S.79/9SOLVAY & Cie (Société Anonyme)

La présente invention a pour objet une composition d'un bain pour le polissage chimique de surfaces en acier, en particulier en acier inoxydable.

Le polissage chimique des surfaces métalliques est une technique bien connue (Polissage électrolytique et chimique des métaux - 5 W.J.Mc.G.Tegart-Dunod -1960 - p.122 et suivantes). Cette technique consiste à traiter les surfaces métalliques à polir, avec des bains d'acides minéraux contenant des additifs adéquats, notamment des régulateurs de viscosité, des agents tensioactifs et éventuellement 10 des agents de brillantage.

Pour le polissage chimique des surfaces en acier, notamment en acier inoxydable, on utilise généralement des bains aqueux contenant, en mélange, de l'acide nitrique, de l'acide chlorhydrique et éventuellement de l'acide phosphorique.

15 Ainsi, dans le brevet Etats-Unis 3 709 824 publié le 9 janvier 1973 et cédé à Nippon Soda Co Ltd, on fournit une composition d'un bain pour le polissage chimique de surfaces en acier inoxydable, comprenant, en solution aqueuse, un mélange d'acide phosphorique (145 à 580 g/l), d'acide nitrique (17 à 85 g/l) et d'acide chlorhydrique (16 à 20 80 g/l), un régulateur de viscosité choisi parmi les polymères hydrosolubles, un surfactant et de l'acide sulfosalicylique à titre d'agent de brillantage.

Les bains de polissage conformes à cette composition connue sont très efficaces. Utilisés à une température de l'ordre de 70 à 100°C, ils permettent d'obtenir en quelques minutes, généralement en moins de trois minutes, un polissage et un brillantage optimum de surfaces en acier inoxydable allié au chrome et au nickel.

Un inconvénient de ces bains de polissage connus réside dans leur grande vitesse d'action, qui les rend inutilisables pour certaines applications, notamment pour le polissage de la face interne des parois de cuves de grandes dimensions, telles que des chaudières, des autoclaves ou des cristalliseurs. Le temps nécessaire pour le remplissage et la vidange de telles cuves étant en général largement supérieur à la durée du traitement de polissage chimique optimum, il devient en effet impossible d'obtenir un poli uniforme de la paroi, certaines zones de celle-ci étant insuffisamment polies, tandis que d'autres risquent d'être corrodées.

La grande vitesse d'action des bains de polissage chimique connus rend par ailleurs le contrôle du polissage difficile, de sorte que, jusqu'à présent, la technique du polissage chimique n'a pas pu être exploitée avec succès dans des installations fermées ou difficilement accessibles, par exemple pour le polissage de la face interne de tubes d'échangeurs calorifiques ou pour le polissage de composants de tuyauteries tels que des vannes, des clapets ou des soupapes.

L'invention a pour but de porter remède aux inconvénients précités, en fournissant une composition d'un bain pour le polissage chimique de surfaces en acier, notamment en acier inoxydable, qui présente une vitesse d'action modérée tout en assurant néanmoins l'obtention de polis comparables à ceux obtenus avec les bains de polissage connus. Elle a notamment pour but de fournir une composition d'un bain de polissage qui, utilisé à une température de l'ordre de 20 à 100°C, nécessite plusieurs heures de traitement pour conférer un poli optimum à des surfaces en acier inoxydable allié au chrome et au nickel.

L'invention concerne dès lors un bain pour le polissage chimique de surfaces en acier, comprenant, en solution aqueuse, un mélange

d'acide phosphorique, d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique, un régulateur de viscosité, un surfactant et de l'acide sulfosalicylique à titre d'agent de brillantage; selon l'invention, la normalité globale du mélange d'acides dans la solution aqueuse est comprise
5 entre 1 et 6, le rapport entre la normalité de chaque acide du mélange d'acides et la normalité globale de celui-ci est compris entre 0,05 et 0,80 pour l'acide phosphorique, entre 0,15 et 0,90 pour l'acide chlorhydrique et entre 0,001 et 0,80 pour l'acide nitrique, le régulateur de viscosité est un éther de cellulose dont
10 la teneur, exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,3 et 0,7 fois la normalité globale du mélange d'acides, le surfactant est du chlorure d'alkylpyridinium dont la teneur, exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,15 et 0,45 fois la normalité globale du mélange d'acides, et la teneur en acide sulfosalicylique,
15 exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,15 et 0,40 fois la normalité globale du mélange d'acides.

Dans le bain de polissage chimique selon l'invention, les teneurs respectives en acides phosphorique, chlorhydrique et nitrique, en éther de cellulose, en chlorure d'alkylpyridinium et en acide
20 sulfosalicylique sont choisies en fonction de la nature du métal traité, de la température de travail et de la durée souhaitée pour le traitement de polissage.

Des compositions qui conviennent bien pour assurer le polissage chimique de surfaces en acier inoxydable allié au chrome et au
25 nickel, en un temps compris entre 2 et 24 heures sont celles pour lesquelles la normalité globale du mélange d'acides est comprise entre 1,5 et 3, le rapport entre la normalité de chaque acide du mélange d'acides et la normalité globale de celui-ci étant avantageusement comprise entre 0,20 et 0,60 pour l'acide phosphorique, entre
30 0,25 et 0,75 pour l'acide chlorhydrique et entre 0,002 et 0,10, de préférence 0,005 et 0,05, pour l'acide nitrique.

Toutes autres choses étant égales, les teneurs respectives en éther de cellulose, en chlorure d'alkylpyridinium et en acide sulfosalicylique dans le bain de polissage selon l'invention dépendent de
35 sa teneur globale en acides phosphorique, chlorhydrique et nitrique.

Selon l'invention, il est généralement avantageux qu'en plus, le rapport entre le poids de chlorure d'alkylpyridinium et le poids d'éther de cellulose soit compris entre 0,5 et 1,5 et le rapport entre le poids de chlorure d'alkylpyridinium et le poids d'acide sulfosalicylique soit compris entre 1 et 3. Des compositions préférées sont celles dans lesquelles le poids d'éther de cellulose est égal au poids de chlorure d'alkylpyridinium et est double du poids d'acide sulfosalicylique.

L'éther de cellulose utilisé dans le bain de polissage chimique selon l'invention doit être soluble dans l'eau. La méthylcellulose convient particulièrement bien.

Le chlorure d'alkylpyridinium est de préférence choisi parmi ceux dérivés d'alkanes possédant de 10 à 18 atomes de carbone. Le chlorure de cétalpyridinium et le chlorure de laurylpyridinium se sont avérés particulièrement avantageux.

L'intérêt de l'invention va apparaître à la lecture des exemples d'application suivants.

Exemple 1

On a utilisé un bain de polissage chimique conforme à l'invention, pour polir la face interne d'une cuve en acier inoxydable de 27,5 m³ de capacité et de 2,5 m de diamètre, réalisée en acier inoxydable de nuance 316 L, qui est un acier allié au chrome (16,0 à 18,8 %), au nickel (10,0 à 14,0 %) et au molybdène (2,0 à 3,0 %) (Techniques de l'Ingénieur - Métallurgie - Tome I - M.323-17 - Mars 1974).

Le bain de polissage utilisé avait la composition suivante :

Mélange d'acides :	acide phosphorique	0,3 N
	acide chlorhydrique	2,5 N
	acide nitrique	<u>0,01 N</u>
	Normalité globale :	2,81 N

Régulateur de viscosité : méthylcellulose produit sous le nom "Methocel MC 4000" (Dow Chem.Co) : 1 g/l
Surfactant : chlorure de laurylpyridinium produit sous le nom "Dehyquart C" (Henkel Int.GmbH) : 1 g/l
Agent de brillantage : acide sulfosalicylique : 0,5 g/l

On a introduit le bain de polissage dans la cuve, à raison de 5 l par dm^2 de surface à polir, et on l'y a soumis à un mouvement d'agitation au moyen d'un agitateur à pales, tout en maintenant sa température à 45°C .

- 5 Après sept heures et demie de traitement, on a vidangé la cuve et on l'a rincée au moyen d'eau carbonatée.

A l'issue du traitement, la totalité de la surface intérieure de la cuve s'est révélée brillante et uniformément lisse au toucher, sans aspérité ni zone corrodée.

10 Exemple 2

A titre de comparaison, on a soumis une cuve analogue à celle de l'exemple 1, à un polissage mécanique au moyen d'un abrasif dont la granulométrie des grains correspondait au n°270 de la série ASTM des tamis normalisés.

- 15 A l'issue de l'essai, la surface intérieure de la cuve a révélé un poli non homogène. Au toucher, la surface présentait encore une rugosité non négligeable.

- 20 Une comparaison des exemples 1 et 2 montre que le bain de polissage selon l'invention permet d'obtenir des polis de très grande qualité dans des cuves en acier inoxydable de grande capacité, grâce à l'application d'une technique de polissage chimique à action lente.

REVENDICATIONS

- 1 - Bain pour le polissage chimique de surfaces en acier, comprenant, en solution aqueuse, un mélange d'acide phosphorique, d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique, un régulateur de viscosité,
5 un surfactant et de l'acide sulfosalicylique à titre d'agent de brillantage, caractérisé en ce que la normalité globale du mélange d'acides dans la solution aqueuse est comprise entre 1 et 6, et le rapport entre la normalité de chaque acide du mélange d'acides et la normalité globale de celui-ci est compris entre 0,05 et 0,80 pour
10 l'acide phosphorique, entre 0,15 et 0,90 pour l'acide chlorhydrique et entre 0,001 et 0,80 pour l'acide nitrique, en ce que le régulateur de viscosité est un éther de cellulose et sa teneur, exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,3 et 0,7 fois la normalité globale du mélange d'acides, en ce que le surfactant est du chlorure
15 d'alkylpyridinium et sa teneur, exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,15 et 0,45 fois la normalité globale du mélange d'acides, et en ce que la teneur en acide sulfosalicylique, exprimée en g/l de solution aqueuse, est comprise entre 0,15 et 0,40 fois la normalité globale du mélange d'acides.
- 20 2 - Bain de polissage chimique selon la revendication 1, caractérisé en ce que la normalité globale du mélange d'acides est comprise entre 1,5 et 3.
- 3 - Bain de polissage chimique selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le rapport entre la normalité de chaque acide
25 du mélange d'acides et la normalité globale de celui-ci est compris entre 0,20 et 0,60 pour l'acide phosphorique, entre 0,25 et 0,75 pour l'acide chlorhydrique et entre 0,002 et 0,10 pour l'acide nitrique.
- 4 - Bain de polissage chimique selon la revendication 3, caracté-
30 risé en ce que le rapport entre la normalité de l'acide nitrique et la normalité globale du mélange d'acides est compris entre 0,005 et 0,05.

5 - Bain de polissage chimique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le rapport entre le poids de chlorure d'alkylpyridinium et le poids d'éther de cellulose dans la solution aqueuse est compris entre 0,5 et 1,5, et le rapport
5 entre le poids de chlorure d'alkylpyridinium et le poids d'acide sulfosalicylique dans la solution aqueuse est compris entre 1 et 3.

6 - Bain de polissage chimique selon la revendication 5, caractérisé en ce que le poids d'éther de cellulose dans la solution aqueuse est égal au poids de chlorure d'alkylpyridinium et est double du
10 poids d'acide sulfosalicylique.

7 - Bain de polissage chimique selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'éther de cellulose est de la méthylcellulose.

8 - Bain de polissage chimique selon l'une quelconque des
15 revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le chlorure d'alkylpyridinium est choisi parmi ceux dérivés d'alkanes possédant de 10 à 18 atomes de carbone.

9 - Bain de polissage chimique selon la revendication 8, caractérisé en ce que le chlorure d'alkylpyridinium est du chlorure de
20 cétylpyridinium et/ou du chlorure de laurylpyridinium.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0019964

Numéro de la demande

EP 80 20 0451

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
	<u>US - A - 3 839 112</u> (ARCINIEGA) * Revendications 1-20 *	1	C 23 F 3/04
	--		
	<u>US - A - 3 457 107</u> (MICKELSON) * Revendications 1-10 *	1	
	--		
	<u>US - A - 2 662 814</u> (SWIHART) * Revendications 1-9 *	1	
	--		
	<u>FR - A - 1 248 865</u> (DIVERSEY) * Exemple 5, résumé**	1	C 23 F 3/04
	--		
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 82, no.2, 13 janvier 1975, page 142, réf. 6539x Columbus, Ohio, USA & JP - A - 74 73336 (NIPPON SODA CO.) (16-07-1974)		
	--		
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 77, no. 20, 13 novembre 1972, page 193, réf. 129596t, Columbus, Ohio, USA & SU - A - 344 035 (STAROVEROV et al.) (07-07-1972)		
	--		
<input checked="" type="checkbox"/> Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
			CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
			&: membre de la même famille, document correspondant
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examineur	
La Haye	29-08-1980	V. LEEUWEN	