RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 461 018**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 79 31695**

(54) **Procédé et dispositif pour le débourbage de bains de sel.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 23 C 9/10.

(22) Date de dépôt ..... 26 décembre 1979.
(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *RFA, 22 mars 1979, n° P 29 11 222.9.*

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 5 du 30-1-1981.

(71) Déposant : Société dite : DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS ROESSLER, résidant en RFA.

(72) Invention de :

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Bert, de Keravenant et Herrburger,
115, bd Haussmann, 75008 Paris.

L'invention a pour objet un procédé et un dispositif pour débourber les masses fondues de sels contaminés, du type utilisé par exemple pour la nitruration de matériaux métalliques en particulier de matériaux ferreux. Ces bains de sels sont très largement utilisés et consistent en majeure partie en carbonates et en cyanates de métaux alcalins. Ces bains contiennent également en partie des cyanures alcalins. La température de fonctionnement de ces bains de sel est généralement de 560 à 600° C.

Pendant le traitement de pièces en fer, ces bains se souillent de dépôts, dans une proportion variable mais toujours élevée, ceci étant dû surtout au fait que des particules d'acier adhérentes, comme par exemple des copeaux ou de la poussière de meulage, se rassemblent au fond de la cuve de traitement, ou restent en suspension sous forme finement divisée. De même, le traitement de surfaces oxydées ou brutes (pellicule de fonte ou de forgeage) conduit à l'encrassement des bains. Enfin, il se dépose encore des particules qui proviennent de ce que les accessoires de chargement, comme les paniers ou cages, perdent, après des traitements répétés, des particules de nitrure qui s'écaillent et restent dans le bain. La "bourbe" ainsi constituée consiste essentiellement en nitrure et oxyde de fer.

D'autres bains de sel, comme par exemple les bains de refroidissement à base d'hydroxydes, s'épaississent progressivement par la formation de carbonates insolubles, ce qui élève le point de fusion du bain et diminue l'efficacité du refroidissement. De ce fait, ces bains de sel doivent également être purifiés.

Comme la teneur en dépôts des bains de nitruration influence fortement la reproductibilité des résultats de la nitruration, l'épuration régulière des bains est très importante On utilise à cet effet divers dispositifs de débourbage. Tous les systèmes connus ont un trait commun, à savoir que le débourbage nécessite un arrêt de fonctionnement, c'est-à-dire que le débourbage doit s'effectuer dans un bain non chargé.

De plus, dans tous les systèmes connus, le débourbage s'effectue à l'aide de tôles perforées, de tamis en fil métallique, ou encore de laine de verre ou de laine minérale, placés dans un dispositif approprié. Ce dispositif consiste sou-

vent en une ou plusieurs structures en forme de paniers en tôle perforée, disposés les uns au-dessus des autres, qui s'ajustent à la forme du creuset et sont garnies éventuellement d'un tamis en fil métallique. On utilise également des dispositifs simples en forme d'assiette, en tôle perforée à bord rabattu. Pour le débourbage, on introduit le dispositif dans le bain non chargé, et - éventuellement après une phase de repos et de décantation - on le retire à nouveau. Les particules de dépôt se trouvant dans le bain se déposent en grande partie sur la tôle perforée, le tamis métallique ou la laine de verre. On connaît également un récipient cylindrique ayant un fond basculant en tôle perforée (DE-OS 2 645 669). On l'immerge dans le bain avec le fond ouvert, puis on referme le fond et l'on retire tout le dispositif. Ainsi on peut réaliser une filtration du bain. Afin d'obtenir un débourbage complet des bains de sel dans tous les procédés et dispositif connus, on doit répéter plusieurs fois l'opération.

Dans les procédés connus de nettoyage des bains de sels, l'interruption régulière du fonctionnement est désavantageux, et peut être considérable si les exigences de pureté du bain sont sévères. Souvent, les fines particules en suspension ne sont éliminées qu'imparfaitement. Mais surtout, on peut arriver, sur des pièces délicates, à des résultats de traitement inégaux, car entre deux opérations de débourbage, la teneur en impuretés du bain augmente, et les résultats du traitement se dégradent. L'expédient qui consiste à débourber entre chaque charge, pour des pièces sensibles, exige de toute façon beaucoup de travail et de temps.

L'invention s'est donc fixé pour but de trouver un procédé et un dispositif pour le débourbage des bains de sel souillés, en particulier des bains de nitruration, qui d'une part fonctionne avec le moins d'interruptions possibles du traitement, et d'autre part, assure un débourbage complet, convienne à toutes les dimensions de cuve, et soit de manipulation simple et aisée.

A cet effet, l'invention propose que pendant le fonctionnement du bain, une partie de la masse de sel fondue soit nettoyée en continu . Ce nettoyage s'effectue de préférence de façon qu'une partie de la masse de sel fondue passe en continu dans une unité de débourbage, et que la masse fondue épurée est reconduite dans le bain. De préférence, on envoie

à l'unité de débourbage une partie de la masse fondue telle, que le volume total du bain de sel soit nettoyé une fois en l'espace de 1 à 5 heures.

Le dispositif selon l'invention est caractérisé en ce qu'on prévoit une pompe immergée dans le bain de sel et une unité de débourbage, que traverse en continu une partie de la masse fondue.

L'unité de débourbage consiste de préférence en un système de filtration et de décantation disposé au-dessus et à l'extérieur du bain de sel. Cela permet un débourbage continu du bain. L'avantage est une productivité plus élevée du bain, car il n'est plus nécessaire d'interrompre son fonctionnement. Un autre avantage cependant consiste en ce que l'état du bain, en ce qui concerne la teneur en dépôts, est constant, c'est-à-dire que la teneur minimale en dépôts du bain reste inchangée pendant une longue période. On obtient ainsi une reproductibilité totale des résultats de traitement.

On décrira ci-après schématiquement avec référence aux dessins I à III annexés, des exemples de réalisation du dispositif selon l'invention.

Les figures I et II représentent un mode de réalisation avec un système de filtration : la masse fondue de sel 1 se trouve dans le creuset en titane 2. Une pompe à air comprimé 3, par exemple une pompe Mammouth, est immergée dans le bain de sel fondu 1, avec le raccordement d'air comprimé 4 et le tuyau d'évacuation 5. Le courant de sel fourni par la pompe Mammouth 3 arrive dans le système de filtration 6 et le quitte par le tuyau d'évacuation 7. Le système de filtration 6 consiste par exemple en une enveloppe 8 et 9 à double paroi en tôle, dont l'interstice est isolé 10 au moyen de laine de verre, minérale ou de laitier, afin d'éviter les pertes de chaleur, et la séparation par cristallisation des parties constitutives du bain, qui s'en suivrait. A l'intérieur de cette enveloppe isolante, se trouve une cuve en tôle perforée 11 dans laquelle se trouve ajusté un fourreau en grillage à mailles fines en fil métallique 12.

La masse fondue de sel liquide est amenée par pompage dans le fourreau de filtre 12 ouvert dans le liant, les particules de sédiment sont retenues par le passage sur le filtre, et la masse fondue de sel, épurée, quitte le système

de filtration par l'écoulement 7. Afin de s'assurer que l'obturation du filtre ne cause pas de complication en débordant de la cuve, on a installé un trop-plein 13. Les fourreaux de filtre remplis ou obturés de sédiments se changent très facilement, sans qu'on soit obligé de stopper la pompe Mammouth ou de l'ôter du bain, car on peut faire tourner le tuyau d'évacuation 5 sur son axe longitudinal vers le bain.

La figure III représente un autre mode de réalisation possible de l'unité de débourbage 6 : il consiste dans ce cas en un simple caisson 14, qui peut également être isolé pour éviter les pertes. Dans le caisson 14 on dispose des gradins en tôle 15 à des hauteurs différentes. La masse de sel fondu fournie par la pompe à air comprimé 3 arrive dans le premier compartiment 16 de l'unité de débourbage 6. Lorsque ce premier compartiment 16 est rempli, le sel fondu passe dans les compartiments suivants, jusqu'à ce qu'il atteigne le tuyau d'écoulement 7. La masse de sel fondu, étant obligée de passer lentement dans plusieurs compartiments, est fortement stabilisée, ce qui permet aux particules de sédiment de se déposer sur le fond. Quand le caisson est rempli de sédiments, il est facile de vidanger la bourbe visqueuse en le basculant.

Les avantages du procédé selon l'invention seront mieux explicités à l'aide des exemples décrits ci-après :

EXEMPLE 1 -

Un four à pot avec un creuset à bain de sel, en titane, de 800 mm de diamètre et 1500 mm de profondeur, contient 1100 kg de sel de nitruration. A une température de fonctionnement de 580° C, on immerge dans le bain, comme pièces à traiter, des pièces en acier C 45, par charge de 400 kg, dans une cage de 60 kg. La durée du traitement (temps de séjour dans le bain) est de 1 heure, et l'on travaille en trois postes.

Avec le procédé de débourbage traditionnel on devait procéder au débourbage quatre fois pendant les trois postes, c'est-à-dire tous les six heures. La teneur en parties constituantes insolubles dans l'eau variait dans le bain, entre deux opérations de débourbage, entre 0,017 % (immédiatement après débourbage) et 0,19 % (immédiatement avant le débourbage suivant).

Chaque opération de débourbage exigeait 30 minutes chaque fois, de sorte que, en l'espace des trois postes, et en tenant compte du temps nécessaire au chargement du bain et à

l'enlèvement des pièces, on pouvait traiter en tout 18 charges au maximum, soit 7200 kg.

Par la mise en oeuvre du procédé de débourbage selon l'invention et d'un dispositif selon les figures I et II, la teneur en parties insolubles dans l'eau se situait constamment à 0,015 %, l'échange du fourreau de filtre pouvait se faire pendant le fonctionnement, de sorte qu'en tout on a pu traiter 20 charges au maximum, avec en tout 8000 kg.

Mais le point plus important est que, en plus de cette augmentation de la productivité, on a pu noter une élévation considérable de la qualité et de la régularité des pièces traitées, grâce à la faiblesse de la teneur, toujours égale, en sédiments. On a envoyé ici 540 kg par heure du bain dans l'unité de débourbage.

EXEMPLE 2 -

Un four à pot, avec un creuset à bain de sel, en titane, ayant 600 mm de diamètre et 1300 mm de profondeur, contenait 550 kg de sel de nitruration. La température de fonctionnement était de 580° C, les pièces à traiter étaient constituées par des vilebrequinsen acier 42 $CrMo_4$. La charge était de 240 kg, le poids de la cage, de 30 kg. La durée du traitement (temps de séjour dans le bain) était de deux heures, et l'on travaillait en deux postes.

Selon cet exemple, on devait opérer un débourbage toutes les deux charges, ce qui prenait chaque fois 25 minutes. La teneur en parties insolubles à l'eau était de 0,013 % tout de suite après le débourbage et de 0,12 % immédiatement avant le débourbage suivant. Par la mise en oeuvre d'un dispositif de débourbage selon l'invention, conforme aux figures I et III, on a obtenu, avec un débit de 200 kg de sel fondu par heure, que la teneur en parties insolubles dans le bain s'abaisse à 0,014 % et ceci de manière constante. Alors qu'auparavant en deux postes on pouvait traiter 6 charges avec en tout 1440 kg, la mise en oeuvre du débourbage en continu a permis de traiter 7 charges soit 1680 kg. Ici aussi on a pu constater une élévation notable de la qualité des vilebrequins traités.

EXEMPLE 3 -

Un four à cuve mesurant 800 x 600 x 1300 mm a été rempli avec 900 kg d'un hydroxyde alcalin fondu, servant de bain de refroidissement. La température du bain était de 350° C

On a immergé dans ce bain des pièces selon l'exemple 2, pour une durée de traitement de 10 minutes. La teneur en carbonates insolubles du bain a augmentée en raison de l'introduction de sels étrangers et transformation de l'hydroxyde, ce qui a entraîné l'élévation du point de fusion et la diminution de l'efficacité du refroidissement. La durée de traitement s'est allongée en conséquence.

Lors du débourbage traditionnel, le bain devait être refroidi par étapes après un certain temps, et débourbé au moyen d'un tamis.

Avec le dispositif selon l'invention, on a pu maintenir le bain exempt de sédiments, la totalité du bain ayant traversé le dispositif de débourbage toutes les 5 heures.

REVENDICATIONS

1.- Procédé pour le débourbage de bains de sels souillés, en particulier de bains de sels de nitruration, caractérisé en ce que, pendant le fonctionnement du bain, on purifie une partie de la masse de sel fondu en continu.

2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'une partie de la masse de sel fondu est continuellement envoyée dans une unité de débourbage.

3.- Procédé suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le volume total de la masse de sel fondu passe dans l'unité de débourbage en l'espace d'une à cinq heures.

4.- Dispositif pour le débourbage de bains de sels souillés, suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on prévoit une pompe (3) immergée dans le bain de sel (1) et une unité de débourbage (6).

5.- Dispositif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'unité de débourbage (6) est disposée au-dessus et à l'extérieur du bain de sel (1).

6.- Dispositif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'unité de débourbage (6) est conçue sous forme d'unité de filtration.

7.- Dispositif suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la pompe (3) est une pompe à air comprimé.

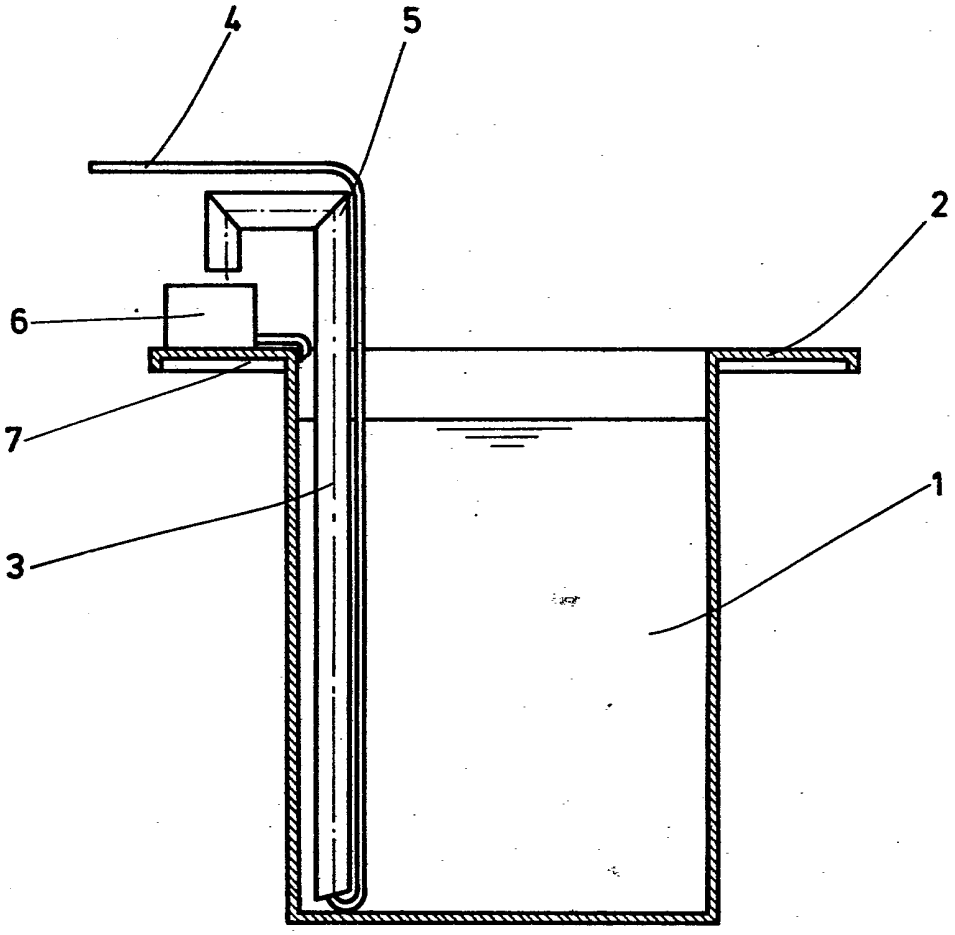


Fig.1

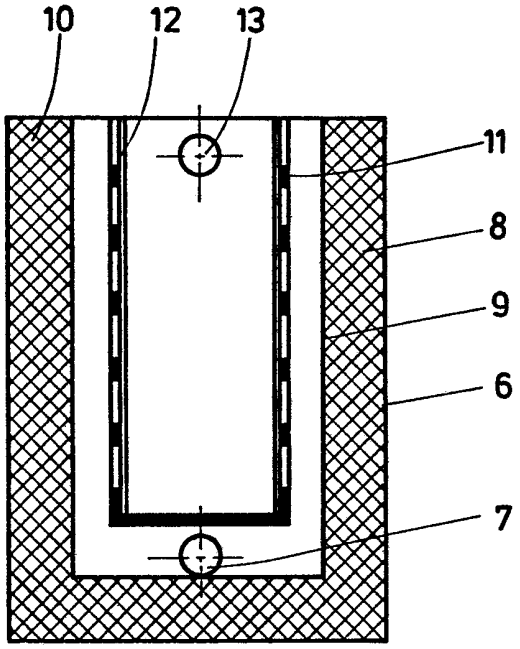


Fig.2

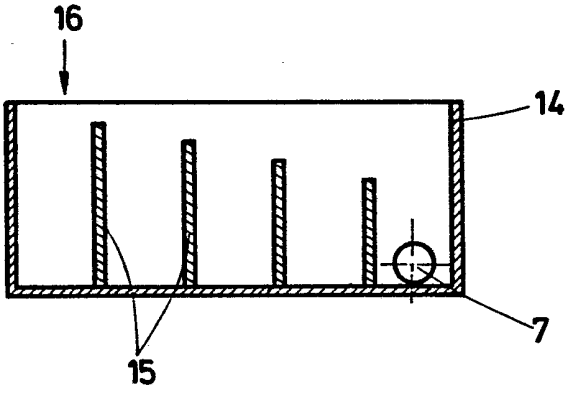


Fig.3