

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 487 860**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 81 14653**

(54) Procédé de nettoyage pour éléments ou composants d'aluminium brasés.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). C 23 G 1/12, 1/22.

(22) Date de dépôt..... 28 juillet 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : RFA, 1<sup>er</sup> août 1980, n° P 30 29 166.8.

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 5 du 5-2-1982.

(71) Déposant : Société dite : INTERATOM INTERNATIONALE ATOMREAKTORBAU GMBH, rési-  
dant en RFA.

(72) Invention de : Rudolf Tusche, Norbert Hanebeck et Reinhard Sipos.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, office Josse et Petit,  
8, av. Percier, 75008 Paris.

Procédé de nettoyage pour éléments  
ou composants d'aluminium brasés

La présente invention concerne un procédé de nettoyage  
5 pour des éléments ou composants d'aluminium creux brasés, qui  
présentent un faible rapport entre le volume intérieur et la  
surface interne, en particulier des éléments à paroi mince,  
avec utilisation d'un agent décapant ou liquide de décapage  
10 composé d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique. La présente  
invention concerne en outre un procédé de nettoyage pour des  
éléments ou composants d'aluminium de ce type, dans lesquels  
le métal d'apport contient du silicium élémentaire, et qui  
doivent plus tard se trouver en contact avec des gaz contenant  
15 de l'hexafluorure d'uranium ( $UF_6$ ).

Les échangeurs de chaleur à plaques d'aluminium,  
brasés, par exemple, en bains de sels chauds, sont fabriqués  
20 à partir de tôles très minces et contiennent de nombreux  
canaux ou conduits, qui ne présentent qu'une faible section  
intérieure. Après l'opération de brasage, il reste forcément  
des impuretés solubles et insolubles, ainsi que sous forme de  
25 poussières, qui peuvent causer des perturbations ou des dété-  
riorations dans les échangeurs de chaleur ou dans l'installa-  
tion qui y est associée. En présence de l' $UF_6$ , le silicium  
élémentaire qui se trouve dans le métal d'apport est en outre  
30 une cause de dégâts supplémentaires, par formation de produits  
de réaction solides et gazeux.

Les éléments ou composants d'aluminium sont habi-  
tuellement plongés, pendant un bref laps de temps dans un  
liquide de décapage ou agent décapant à action rapide, composé  
35 par exemple d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique. Ce  
procédé n'est cependant pas adéquat pour les éléments à paroi  
mince et à faible volume intérieur, qui sont donc d'un accès  
difficile pour le liquide de décapage. L'agent décapant entre  
en contact avec le métal avec un dégagement de chaleur qui  
augmente la réactivité du liquide de décapage utilisé,

accélérant de ce fait le processus chimique et rendant plus importante qu'il n'est souhaitable la quantité de métal qui est enlevée de la surface métallique à proximité de l'admission, étant donné que le débit du liquide qui remplit un tel volume intérieur ne peut être que faible et se réchauffe rapidement ; la chaleur engendrée ne peut se dissiper que difficilement, en raison de la forme de l'élément. Par ailleurs, 5 l'efficacité de l'agent décapant ou liquide de décapage diminue rapidement, de sorte que les pièces et éléments qui n'entrent 10 que plus tard en contact avec ce liquide ne sont pas suffisamment nettoyés. Enfin, les liquides de décapage connus jusqu'à présent ne permettaient pas non plus de procéder à une élimination sélective du silicium élémentaire hors des zones de brasure, ce qui est en outre souhaitable.

15 La présente invention a pour objet de mettre au point un procédé de nettoyage pour des éléments ou composants d'aluminium brasés à paroi mince et à faible volume intérieur, en particulier pour les échangeurs de chaleur constitués par de minces tôles d'aluminium. Un objectif spécial de la présente 20 invention est de mettre au point un procédé de nettoyage pour des éléments ou composants dans lesquels le métal d'apport contient du silicium élémentaire, et qui doivent plus tard se trouver en contact avec des gaz contenant de l'UF<sub>6</sub>.

La présente invention permet de résoudre le problème 25 posé par un procédé qui est caractérisé en ce que :

- a) L'agent décapant ou liquide de décapage passe à travers l'élément ou composant, guidé par circulation forcée.
- b) La réactivité de l'agent décapant est réduite par addition d'une substance agissant par inhibition.
- c) La réactivité initiale de l'agent décapant ou liquide de décapage et le temps de séjour de cet agent dans l'élément sont harmonisés de telle manière que la diminution de la réactivité, due à l'épuisement, et l'augmentation de la réactivité, due à l'élévation de la température provoquée par 30 la réaction de décapage exothermique, se compensent pour 35

l'essentiel pendant un cycle.

d) Le processus de décapage est prolongé aussi long-temps que la réactivité finale de l'agent décapant est égale à au moins un dixième de la réactivité initiale.

5 Le procédé ainsi proposé par la présente invention garantit que, par circulation d'un agent décapant ou liquide de décapage dont la réactivité initiale est intentionnellement réduite, la rampe des modifications de la réactivité, par suite de l'épuisement du liquide de décapage, d'une part, et de  
 10 l'élévation de la température qui intervient pendant le processus de décapage, d'autre part, ait un tracé plus plat. Ces effets opposés l'un à l'autre se compensent pour l'essentiel (c'est-à-dire avec un écart qui ne dépasse pas  $\pm 10\%$ ), de sorte que tous les éléments et pièces sont soumis à un décapage  
 15 uniforme et qu'il ne peut donc y avoir, ni détériorations dues à la forte réactivité, ni insuffisance de décapage par suite d'une réactivité trop faible. Ce procédé doit nécessairement être appliqué en circuit fermé jusqu'à ce que le processus de décapage soit achevé, la réactivité finale de l'agent décapant  
 20 ne devant pas tomber au-dessous de la cote indiquée, pour ne pas accroître trop fortement la durée de ce processus, qui est déjà en tout état de cause augmentée par rapport à celle des procédés utilisés jusqu'ici.

Une caractéristique additionnelle de la présente  
 25 invention propose que l'agent décapant soit additionné de nitrate d'aluminium. Le nitrate d'aluminium proposé comme inhibiteur est une substance qui se forme, en tout état de cause, lors du décapage de l'aluminium avec un agent décapant du type mentionné, et qui abaisse progressivement l'efficacité de  
 30 l'agent décapant. En ajoutant volontairement cette substance avant le début du processus de décapage, on coupe, dans une certaine mesure, la première phase pendant laquelle l'agent décapant est fortement réactif, et l'on fait passer celui-ci tout de suite à un état auquel il n'arriverait autrement  
 35 qu'après un temps d'action ou d'attaque chimique déterminé.

Une autre caractéristique de la présente invention propose que l'élément ou le composant soit rempli d'agent décapant ou liquide de décapage à partir de son point le plus bas. Cette disposition sert également à provoquer une uniformisation du processus de décapage, le liquide de décapage traversant, par exemple, un échangeur de chaleur à plaques dans le sens ascendant ; il est ainsi plus facile de contrôler la vitesse de passage et de limiter l'élévation de la température. En cas de remplissage par le haut, le liquide de décapage se répartirait irrégulièrement et en plusieurs écoulements, de sorte que la durée de l'attaque chimique et le résultat du décapage seraient variables.

Selon une caractéristique additionnelle de la présente invention, et pour les éléments ou composants dans lesquels le métal d'apport contient du silicium élémentaire, l'élément ou le composant subit en plus un décapage alcalin, avec addition d'un inhibiteur. Le décapage alcalin supplémentaire ainsi proposé sert à opérer une élimination sélective du silicium élémentaire à partir de la surface des zones de brasage.

Selon une caractéristique additionnelle de la présente invention, proposée dans ce cas, l'on utilise un agent décapant ou liquide de décapage composé d'hydroxyde de sodium et de silicate de sodium. Avec ce développement particulier de la présente invention, l'addition de silicate de sodium comme inhibiteur a pour effet que la quantité d'aluminium enlevée, qui serait autrement considérable, est réduite au point de permettre d'utiliser la concentration et d'appliquer la durée d'attaque chimique par le liquide de décapage qui sont nécessaires pour l'élimination du silicium.

Selon une autre caractéristique de la présente invention, proposée dans ce dernier cas, l'agent décapant ou liquide de décapage est additionné d'aluminate de sodium. Le pourcentage d'alumine proposé améliore la qualité de surface de l'élément ou du composant traité.

La présente invention sera mieux comprise à l'aide

de la description détaillée d'un procédé de nettoyage et d'élimination du silicium, qui a été soumis à des essais et est destiné à être appliqué avec des échangeurs de chaleur à plaques d'aluminium brasés, lesquels présentent, par exemple, les dimensions et la configuration géométrique suivantes :

5	Rapport entre le volume intérieur et la surface interne :	0,3 à 3 l/m <sup>2</sup>
	de préférence :	1 l/m <sup>2</sup>
10	Hauteur hors-tout :	1 à 6 m
	de préférence :	2,50 m
15	Section transversale :	0,04 à 4 m <sup>2</sup>
	de préférence :	1 m <sup>2</sup>
	Epaisseur de tôle des lamelles d'échange de chaleur :	0,1 à 0,8 mm
	de préférence :	0,2 mm
20	Ecartement (libre) des lamelles d'échange de chaleur :	1 à 10 mm
	de préférence :	2 mm
25	Le rinçage en circuit fermé, avec les liquides cités ci-après, se fait par un mouvement ascendant, aux températures et selon les paramètres indiqués.	
30	Pendant cette opération, la quantité de liquide de décapage utilisée, sa concentration, le débit en volume et la durée du décapage sont harmonisés les uns avec les autres et en accord avec les dimensions géométriques, telles que la surface totale, le volume intérieur et la hauteur hors-tout de l'échangeur de chaleur.	
35	(Les indications en pourcentages sont toujours données en pourcentages massiques).	

Les diverses phases du procédé sont les suivantes :

a) Rinçage à l'eau du robinet, à la température

ambianante, et avec une teneur en chlорure inférieure à 10 ppm,  
ou bien à l'eau totalement déminéralisée.

5 b) Pré-nettoyage avec une solution aqueuse tensio-  
active à 50-80°C, à un pH qui est, de préférence, de 1,5.

c) Rinçage comme en a).

d) Décapage acide, avec une température de 70 à 95°C  
à l'alimentation, avec une solution présentant la composition  
10 suivante :

Acide nitrique : 2 à 10 %, de préférence 5 %

Acide fluorhydrique : 0,05 à 0,5 %, de préférence 0,2 %

Nitrate d'aluminium : 0,5 à 5 %, de préférence 2,1 %,  
la solution préférentielle étant que le rapport entre le volume  
15 de liquide et la surface interne soit de 5 l/m<sup>2</sup>, le temps de  
séjour de 1,5 minute, et la durée totale de l'attaque chimique  
de 30 minutes.

e) Rinçage avec de l'eau totalement déminéralisée,  
conductivité inférieure à 1  $\mu$  S.

20 f) Décapage alcalin en vue de l'élimination du  
silicium à 70-95°C, avec la composition suivante :

Hydroxyde de sodium : 0,3 à 2 %, de préférence 0,4 %

Aluminate de sodium : 0 à 0,5 %, de préférence 0,002 %  
(sous forme de poudre d'aluminium)

25 Silicate de sodium : 0,5 à 5 %, de préférence 2,5 %,  
la solution préférentielle étant que le rapport entre le volume  
de liquide et la surface interne soit de 3 l/m<sup>2</sup>, et la durée  
totale de l'attaque chimique de 120 minutes. On peut aussi  
utiliser des alcalis avec d'autres ions complémentaires  
30 appropriés.

g) Rinçage comme en e).

h) Post-décapage acide, avec une température de 70 à  
95°C à l'alimentation, avec une solution présentant la compo-  
sition suivante :

35 Acide nitrique : 2 à 10 %, de préférence 3 %

Acide fluorhydrique : 0,05 à 0,5 %, de préférence 0,1 %

Nitrate d'aluminium : 0,5 à 5 %, de préférence 1 %,

la solution préférentielle étant que le rapport entre le volume de liquide et la surface interne soit de 5 l/m<sup>2</sup>, le temps de séjour de 1,5 minute, et la durée totale de l'attaque chimique de 5 minutes.

i) Rinçage comme en e).

j) Rinçage avec du méthanol ou de l'éthanol techniquement pur (qualité commerciale), et exempt de résidus, selon une proportion d'au moins 99 %, à la température ambiante.

(Cet alcool ne doit pas contenir de substances organiques en dissolution, par exemple des traces de vernis provenant des récipients de transport).

k) Mise sous vide sans huile jusqu'à 10<sup>-1</sup> mbar, à la température ambiante.

l) Remplissage avec un gaz inerte sec (azote ou argon) et obturation étanche à l'air.

Un filtre destiné aux matières en suspension devrait être prévu à l'arrivée vers l'élément ou la pièce à décaper, pour empêcher que celui-ci ne puisse être sali à nouveau par des impuretés déjà éliminées dans les cycles précédents.

REVENDICATIONS

1. Procédé de nettoyage pour des éléments ou composants d'aluminium creux brasés, qui présentent un faible rapport entre le volume intérieur et la surface interne, avec utilisation d'un agent décapant ou liquide de décapage composé d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique, caractérisé en ce que :

a) L'agent décapant ou liquide de décapage passe à travers l'élément ou composant, guidé par circulation forcée.

b) La réactivité de l'agent décapant est réduite par addition d'une substance agissant par inhibition.

c) La réactivité initiale de l'agent décapant ou liquide de décapage et le temps de séjour de cet agent dans l'élément sont harmonisés de telle manière que la diminution de la réactivité, due à l'épuisement, et l'augmentation de la réactivité, due à l'élévation de la température provoquée par la réaction de décapage exothermique, se compensent pour l'essentiel pendant un cycle.

d) Le processus de décapage est prolongé aussi longtemps que la réactivité finale de l'agent décapant est égale à au moins un dixième de la réactivité initiale.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent décapant est additionné de nitrate d'aluminium.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'élément ou le composant est rempli d'agent décapant ou liquide de décapage à partir de son point le plus bas.

4. Procédé selon la revendication 1, pour les éléments ou composants dans lesquels le métal d'apport contient du silicium élémentaire, caractérisé en ce que l'élément ou le composant subit en plus un décapage alcalin, avec addition d'un inhibiteur.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on utilise un agent décapant ou liquide de décapage

composé d'hydroxyde de sodium et de silicate de sodium.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'agent décapant ou liquide de décapage est additionné d'aluminate de sodium.