

## PROCEDE DE BRILLANTAGE CHIMIQUE DES SURFACES EN ALUMINIUM

### I. DESCRIPTION :

**BONDERITE C-IC 62501** est un procédé performant de brillantage chimique des surfaces en aluminium.

Le procédé **BONDERITE C-IC 62501** permet d'obtenir des surfaces brillantes et réfléchissantes bien supérieures à celles obtenues par polissage mécanique, et permet d'éliminer les imperfections superficielles des pièces.

Ce procédé est tout particulièrement utilisé dans le domaine du flaconnage pour parfumerie, les réflecteurs d'éclairage, les pièces pour électro-ménager ou pour automobiles, etc ...

### II. CARACTERISTIQUES :

Aspect : Liquide, limpide, homogène  
Couleur : Bleu-vert  
Densité à 20 °C : 1,725  
Aisément miscible à l'eau et aux solutions acides.  
Produit acide fort à caractère oxydant  
pH du produit pur : < 1

### III. CONDITIONS D'UTILISATION :

Le procédé **BONDERITE C-IC 62501** pour le traitement des surfaces en alliages d'aluminium, s'utilise exclusivement en immersion.

#### GAMME OPERATOIRE

La gamme opératoire type est la suivante :

- Dégraissage.
- Rinçage chaud.
- (Egouttage)
- Brillantage chimique

- Rinçage eau tiède.
- Blanchiment
- Rinçage eau froide.
- (process anodisation éventuel)

*Nota : Les pièces brillantées doivent être protégées pour conserver l'aspect obtenu.*

*Deux possibilités :*

- application d'un vernis (peu utilisé)
- anodisation sous couche mince et transparente.

Le dégraissage peut être réalisé en milieu alcalin ou en milieu acide; le milieu acide est préférable pour éviter la contamination par neutralisation partielle du bain de brillantage.

Il doit être très performant pour pouvoir éliminer totalement les résidus de pâtes à polir, en cas de polissage mécanique préalable et limiter la pollution organique du bain de brillantage chimique.

Le rinçage qui suit doit être de préférence chaud et suivi d'un temps d'égouttage approprié, pour limiter les entraînements vers le bain de brillantage.

Après brillantage, l'opération de rinçage est **un point critique**.

Celui-ci doit être impérativement effectué très rapidement (quelques secondes après la sortie des pièces du bain de brillantage), pour éviter le phénomène de satinage de transfert.

De même, il est effectué à chaud (environ 50°C), pour faciliter l'élimination du film résiduel visqueux en surface des pièces.

Le blanchiment a pour but d'éliminer le mince film d'alumine (pouvant provoquer un léger voile) et les éventuelles traces colorées dues aux métaux de l'alliage.

Il est effectué dans un bain à base d'acide nitrique à 50 % (ou procédé sulfo-chromique ou mélange acide sulfurique + additif oxydo-réducteur) à 20°C, pendant environ 3 minutes.

Les rinçages doivent être particulièrement soignés et l'eau utilisée ne doit pas contenir d'ions chlorures (risque de piquuration du métal)

## MONTAGE DU BAIN

Le produit **BONDERITE C-IC 62501** est prêt à l'emploi. Introduire le produit directement dans la cuve jusqu'au niveau désiré.

Pour obtenir un bon fonctionnement, il est recommandé de "vieillir" le bain, soit en dissolvant des pièces en aluminium rebutées (préalablement dégraissées), soit par introduction d'oxyde d'aluminium en poudre dans le bain maintenu vers 70°C, afin d'obtenir une concentration en aluminium dissous d'environ 10 g/L.

Cette opération terminée, le bain est analysé puis rechargé, si nécessaire en **BONDERITE C-IC 62501**. Le bain est alors prêt à fonctionner.

Le bain doit impérativement être maintenu sous agitation par air surpressé ou action mécanique, pour obtenir une parfaite homogénéité de concentration et de température.

## PARAMETRES OPERATOIRES

Les paramètres optimaux de fonctionnement sont les suivants :

Produit utilisé pur  
 - Concentration en acide nitrique : 4 à 6 %  
 - Concentration en aluminium dissous : 10 à 50 g/L (de préférence 25 à 35 g/L).  
 - Température : 90 à 115°C  
 - Temps de contact : 1 à 5 mn

***Nota :** Les conditions exactes sont fixées en fonction des éléments suivants :*

- composition de l'alliage
- état initial de la surface / structure métallographique
- degré de réflectance souhaité

## CONSIDERATIONS PRATIQUES

### 1) Masse volumique

La masse volumique du bain mesurée entre 20 et 25°C doit être maintenue en général entre 1690 et

1730 kg/m<sup>3</sup> et 1750 à 1790 kg/m<sup>3</sup>, lors de la recherche d'un brillant spéculaire (super-fini pour cosmétiques).

Etant donné la température de fonctionnement élevée, il se produit une évaporation intense de l'eau et il est donc nécessaire de contrôler fréquemment la densité et de procéder à des ajouts d'eau déminéralisée (*ceux-ci sont réalisés après la correction de la teneur en acide nitrique*).

Si la masse volumique est trop élevée, il peut se produire un phénomène de piquuration.

Pour la baisser de 10 kg/m<sup>3</sup>, il convient d'ajouter environ 1 % d'eau déminéralisée.

Si, au contraire, la masse volumique du bain est trop faible (introduction accidentelle d'eau), il convient de faire "bouillir" le bain pour accélérer l'évaporation et retrouver la valeur adéquate.

### 2) Température

La température du bain est à moduler en fonction des alliages à briller et de la teneur en aluminium dissous.

Il est préférable de travailler à la valeur la plus basse, mais elle doit être augmentée dès que le degré de pureté de l'aluminium diminue ou que la teneur en aluminium dissous augmente.

Par exemple :

Alliage 1080 :	Température : 100°C
Alliage 1050 :	Température : 108°C

***Nota :** Ne pas plonger un thermomètre à mercure dans le bain, car en cas de rupture, il se produirait une contamination du bain par le mercure dont la teneur ne doit pas excéder 1 mg/L..*

### 3) Temps de contact

La durée du traitement est en général comprise entre 1 à 5 mn.

Elle doit être modulée en fonction des autres paramètres (nuance d'alliage, température, aluminium dissous) et de l'aspect final recherché.

Des temps de contact trop élevés peuvent révéler la structure cristallographique (grain) du métal et sont donc déconseillés.

#### 4) Teneur en Acide nitrique

L'acide nitrique apporte le pouvoir oxydant au bain et sa concentration doit donc être surveillée soigneusement.

Un excès entraîne un brillantage de mauvaise qualité et le dégagement de vapeurs nitreuses.

Une teneur insuffisante est encore plus néfaste, car il en résulte un film blanc et des piqures.

Sa concentration est inversement proportionnelle à la teneur en aluminium dissous.

#### 5) Teneur en aluminium dissous

La concentration en aluminium dissous doit idéalement se situer aux alentours de 25 à 35 g/L.

Dans les conditions habituelles d'exploitation, cette valeur est maintenue constante, car la quantité d'aluminium dissous lors de l'immersion des pièces est compensée par l'entraînement sur les pièces d'une quantité équivalente vers le bain de rinçage.

La teneur maximale admissible est de 50 g/L.

Une teneur élevée se traduit par les résultats suivants :

- forte diminution de la vitesse réactionnelle
- moindre brillance et nécessité d'augmenter la température et le temps de contact.
- augmentation de la viscosité du bain et, parallèlement, des pertes par entraînement.
- risque de phénomène de précipitation en cas de forte évaporation du bain (seuil de solubilité dépassé)

*Nota : la nuit, le bain est maintenu chaud, d'où la poursuite de l'évaporation.*

*Le soir, ajouter donc un léger excès d'eau ( cela évitera la précipitation éventuelle des sels d'aluminium).*

#### 6) Agitation

Il est indispensable de maintenir une agitation efficace du bain pour obtenir un résultat optimum et éviter les marques sur les pièces dûes au dégagement gazeux.

#### 7) Vitesse de dissolution

Les pertes de métal des pièces sont de l'ordre de 1 à 4 microns par minute en fonction du type d'alliage, de la température et du vieillissement du bain.

Elle augmente avec la température et diminue lorsque la teneur en aluminium croît.

#### 8) Influence de l'alliage

L'aspect brillant (mesurable par la réflectivité spéculaire) est d'autant plus élevé que la pureté du matériau est importante.

C'est ainsi que les alliages de laminage et de filage peuvent presque tous être brillantés, mais avec des résultats très variables.

La principale restriction concerne les matériaux présentant des porosités (en particulier, les alliages de fonderie), les alliages à teneur élevée en silicium, et les pièces générant des phénomènes de rétention (rivetage, sertissage...).

#### 9) Traitements préliminaires

L'influence d'une préparation mécanique préalable du métal est très sensible.

C'est ainsi qu'après un polissage mécanique, il est possible d'atteindre un très haut niveau de brillant.

#### 10) Contamination du bain

Les polluants les plus critiques sont les chlorures et le mercure comme déjà indiqué précédemment.

Le bain peut aussi être contaminé par les huiles, graisses et pâtes à polir mal éliminées des pièces lors du dégraissage ou entraînées dans le bain.

Grâce à son fort pouvoir oxydant à chaud, la solution permet de les dégrader et il se forme en surface du bain une pellicule brune, qui doit être enlevée très fréquemment.

*Nota : cette réaction parasite provoque une surconsommation d'acide nitrique.*

**11) Influence du temps de transfert**

Comme indiqué précédemment, le temps entre la sortie des pièces du bain de brillantage et leur entrée dans le bain de rinçage suivant doit être extrêmement court, sinon il se produit une perte du niveau de brillance.

Pour un bain neuf, la densité et la température sont fixées à leur plus basse valeur, pour limiter le taux d'agressivité, et ceci est d'autant plus critique pour une chaîne automatique.

**IV. METHODE DE CONTRÔLE :**

Lors du fonctionnement du bain, il se produit des réactions chimiques avec dissolution d'aluminium et une évaporation de l'eau due à la température de travail élevée.

Aussi, il convient d'effectuer les contrôles suivants :

- masse volumique
- Concentration en acide nitrique
- Concentration en aluminium dissous.

**A) Méthodes de dosage****1) Détermination de la masse volumique**

La mesure de la masse volumique est effectuée avec un aréomètre adapté à la gamme de valeurs, sur un échantillon de bain préalablement refroidi entre 20 et 25°C.

**2) Dosage de l'acide nitrique****Mode opératoire**

1) Prélever un échantillon du bain et le laisser refroidir à température ambiante.  
A l'aide d'une pipette, prélever 5 mL de bain et les introduire dans un bécher de 250 mL.  
Placer le bécher sur l'agitateur magnétique chauffant et mettre sous agitation.  
Ajouter : 80 mL d'acide phosphorique à 85 %  
30 mL d'eau déminéralisée  
25 mL d'acide sulfurique concentré.  
Porter le contenu de l'erlenmeyer à température maintenue entre 50 et 55°C.

Verser quelques mL de solution titrée de sel de Mohr 0,25 N, sans agiter le récipient.  
Dès que la couleur brune apparaît, agiter vigoureusement puis continuer l'ajout de solution jusqu'à apparition d'une couleur brune stable sous agitation pendant environ 15 secondes.  
Soit  $V_1$  le volume de solution de sel de Mohr versé.

**2) Effectuer le dosage sur une solution standard d'acide nitrique**

Préparer la solution standard dans une fiole jaugée de 100 mL en versant :

10 mL d'acide nitrique à 70 %

50 mL d'acide phosphorique à 85 %

ajustement à 100 mL avec de l'eau

déminéralisée .

Prélever 5 mL de cette solution et procéder au dosage exactement comme en 1)

Soit  $V_2$  mL versés

**Remarques :**

*Il est fortement conseillé de réaliser le dosage sous une hotte ventilée en raison de l'émission de vapeurs rousses nocives.*

*Un excès d'eau est préjudiciable au dosage. Sa présence, lors de l'ajout de l'acide sulfurique provoque une montée en température rapide, supérieure à 55°C.*

**Expression du résultat**

Concentration en acide nitrique à 70 % :  
(en % volume/ volume) =  $10 \times V_1 / V_2$

Concentration en acide nitrique pur  
(en g/L) =  $147 / 7 \times V_1 / V_2$

**Nota :** - La solution de sel de Mohr doit être contrôlée très régulièrement.

- L'emploi de solution de titre  $T_N$  plus faible (par exemple 0,1 N) fausse les résultats.

**3) Dosage de l'aluminium dissous****Mode opératoire**

Prélever un échantillon du bain et le laisser refroidir à température ambiante.  
A l'aide d'une pipette, prélever 10 mL de bain et les introduire dans une fiole jaugée de 1 L.

Compléter au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée et homogénéiser.  
Ceci constitue la solution mère.

A l'aide d'une pipette, prélever 10 mL de solution mère et les introduire dans un erlenmeyer.  
Placer l'erlenmeyer sur l'agitateur magnétique et mettre en route l'agitation.  
Ajouter précisément (à la pipette) 20 mL de solution d'EDTA, 2 Na 0,01 M.  
Laisser réagir pendant 10 minutes.  
Ajouter ensuite 100 mL d'eau déminéralisée.

A l'aide du pH mètre, contrôler le pH et l'ajuster à 6,0 - 6,2 avec une solution d'ammoniaque à 25%.

***Nota :** En général, la dose nécessaire est de 5 à 8 gouttes.*

*Si le pH est porté à une valeur supérieure à 6,8, la prise d'essai doit être refaite.*

Ajouter 10 mL de solution de pyridine à 10 % et 7 à 8 gouttes d'indicateur violet de pyrocatechol.  
A l'aide de la burette graduée, titrer rapidement en versant une solution de sulfate de cuivre 0,01 M jusqu'au virage du jaune vert pâle au bleu sombre.

***Nota :** Le dosage doit être effectué rapidement, car la teinte peut revenir au jaune vert, au repos.*

Soit V mL versés.

#### Expression du résultat

Concentration en aluminium dissous (en g/L) =  $(20 - V) \times 1,8$ .

### **B) Fréquence des contrôles**

Les deux paramètres : masse volumique et teneur en acide nitrique, sont les plus critiques et doivent être contrôlés fréquemment.

Lorsque les conditions de fonctionnement de la chaîne sont bien réguliers, la concentration en aluminium dissous d'un bain vieilli ne varie pratiquement plus.

### **C) Ajustement des bains**

Ceux-ci doivent être maintenus aux valeurs préconisées par ajout régulier de produit, d'acide nitrique et d'eau.

Si la teneur en aluminium dissous devient trop élevée, il est nécessaire de procéder à des vidanges partielles ou d'effectuer des cuves à cuves permettant d'éliminer les sels précipités en fond de cuve.

### **V. EQUIPEMENT :**

La cuve doit être réalisée en acier inoxydable du type AISI 316 L.

Le système de chauffage utilise un matériau résistant (par exemple, la silice), à l'exclusion de l'acier inoxydable (risques d'agression sur les points de surchauffe).

Les supports des pièces doivent être en titane, si le brillantage est suivi d'une opération d'anodisation. Sinon l'acier inoxydable 316 L peut convenir.

Le volume du bain doit être calculé en fonction de la charge programmée, pour tenir compte de la réaction exothermique (ou sinon, prévoir un circuit de refroidissement).

Un système de captation énergétique des vapeurs et de lavage des gaz est indispensable.

### **VI. PRECAUTIONS - RECOMMANDATIONS POUR LA MANIPULATION :**

**BONDERITE C-IC 62501** renferme des acides minéraux forts. Les précautions d'emploi à observer sont donc celles relatives à la manipulation des produits acides.

Le contact avec la peau et les yeux peut provoquer de graves brûlures.

Pour la manipulation, le port de gants, bottes, lunettes de sécurité, vêtements de protection est recommandé.

En cas de projection dans les yeux ou sur l'épiderme, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

***Nota :** Pour plus de précisions, consulter la fiche de données de sécurité.*

## **VII. CONDITIONS DE STOCKAGE :**

**BONDERITE C-IC 62501** doit être stocké en emballage clos, à l'abri de la chaleur et du soleil.

Tenir éloigné des produits alcalins et des matières oxydables.

## **VIII. REJETS :**

Pour le rejet des solutions usagées, il convient de procéder comme suit :

- neutralisation par la chaux pour précipiter les sels et ajuster le pH entre 6,5 et 9.
- décantation des boues formées.

Vérifier la conformité de l'effluent avec la législation en vigueur.

## **ADDITIONAL INFORMATION**

### **Clause de non-responsabilité**

#### **Note :**

L'information fournie dans cette Fiche Technique (FT) y compris les recommandations d'utilisation et d'application du produit est basée sur notre connaissance et notre expérience de ce produit à la date d'établissement de cette FT. Le produit est susceptible de présenter différentes variétés d'application ainsi que des modalités différentes d'application et de fonctionnement dans votre environnement qui échappent à notre contrôle. En conséquence, Henkel n'est pas responsable ni de l'adéquation de notre produit aux procédés de production et aux conditions dans lesquelles vous l'utilisez ni des applications et résultats attendus. Nous recommandons fortement que vous pratiquiez vos propres vérifications et essais préalables pour confirmer une telle adéquation de notre produit.

Toute responsabilité au regard de l'information contenue dans la Fiche Technique (FT) ou toute autre recommandation écrite ou orale concernant le produit est exclue sauf si une telle responsabilité est expressément acceptée par ailleurs, sauf en cas de dommage corporels ou mortels dus à notre négligence et sauf au titre des dispositions légales en matière de responsabilité des produits.

**Pour des produits livrés par Henkel Belgium NV, Henkel Electronic Materials NV, Henkel Nederland BV, Henkel Technologies France SAS and Henkel France SA, veuillez noter, en complément, que :** Dans le cas où la responsabilité de Henkel serait néanmoins engagée sur quelque fondement juridique que ce soit, cette responsabilité ne pourra en aucun cas être supérieure au montant de la livraison concernée.

### **Pour des produits livrés par Henkel Colombiana, S.A.S.**

#### **L'exclusion de responsabilité suivante est applicable :**

L'information fournie dans cette Fiche Technique (FT) y compris les recommandations d'utilisation et d'application du produit est basée sur notre connaissance et notre expérience de ce produit à la date d'établissement de cette FT. En conséquence, Henkel n'est pas responsable ni de l'adéquation de notre produit aux procédés de production et aux conditions dans lesquelles vous l'utilisez ni des applications et résultats attendus. Nous recommandons fortement que vous pratiquiez vos propres vérifications et essais préalables pour confirmer une telle adéquation de notre produit. Toute responsabilité au regard de l'information contenue dans la Fiche Technique (FT) ou toute autre recommandation écrite ou orale concernant le produit est exclue sauf si une telle responsabilité est expressément acceptée par ailleurs, sauf en cas de dommage corporels ou mortels dus à notre négligence et sauf au titre des dispositions légales en matière de responsabilité des produits.

### **Pour des produits livrés par Henkel Corporation, Resin Technology Group, Inc., ou Henkel Canada Corporation, l'exclusion de responsabilité suivante est applicable :**

Les données contenues dans ce document sont fournies à titre d'information seulement et sont considérées comme fiables. Nous ne pouvons pas assumer la responsabilité de résultats obtenus par des tiers à partir de méthodes sur lesquelles nous n'avons aucun contrôle. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de déterminer l'adéquation à son besoin de toute méthode de production décrite dans ce document, et de mettre en œuvre toutes les mesures qui s'imposent pour la protection des personnes et des biens contre tous risques pouvant résulter de la mise en œuvre et de l'utilisation des produits. En fonction de ce qui précède, **Henkel dénie toutes garanties implicites ou explicites, y compris les garanties liées à l'aptitude à la vente ou d'adéquation à un besoin particulier, résultant de la vente ou de l'utilisation de produits de Henkel. Henkel dénie notamment toutes poursuites pour des dommages incidents ou conséquents quels qu'ils soient, y compris les pertes financières d'exploitation.**

La présentation dans ce document de processus ou de composition ne doit pas être interprétée comme le fait qu'ils sont libres de tous brevets détenus par des tiers ainsi que comme une licence de brevet détenue par Henkel pouvant couvrir de tels procédés ou compositions. Nous recommandons ici à l'utilisateur potentiel de vérifier par des essais l'application envisagée avant de passer à une application répétitive, les données présentées ici ne servant que de guide. Ce produit peut être couvert par un ou plusieurs brevets ou licences ou demandes de brevet tant aux USA que dans d'autres pays.

### **Utilisation des marques**

Sauf indications contraires, toutes les marques citées dans ce document sont des marques déposées par Henkel Corporation aux Etats-Unis et ailleurs. ® indique une marque déposée auprès de U.S. Patent and Trademark Office.