

34779  
29 MAR 1967



P A T E N T E 347796  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR LA SUSCEPTIBILIDAD DE UNA SUPERFICIE DE METAL AL ATAQUE POR ACIDO", a favor de la firma española DIVERSEY ESPAÑOLA, S.A., residente en SABADELL (Barcelona), Buxeda 35.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere al tratamiento de superficies metálicas para reducir o inhibir la corrosión con soluciones de ácido o en la exposición a la atmósfera.

5. El tratamiento de superficies metálicas con una solución acídica envuelve un gran número de procedimientos industriales. El propósito de esto es usualmente eliminar incrustaciones, óxidos o cualquier otro depósito soluble en un medio ácido. A veces es deseable en este procedimiento reducir el efecto del ácido sobre el propio metal.
10. Por ejemplo, en un molino para la producción de lámi-

29 NOV.



mas de acero dúctil, se forma un revestimiento de óxido sobre la superficie del metal caliente. Para algunos usos de estas láminas, el revestimiento debe eliminarse. Para este propósito se utiliza ácido sulfúrico concentrado. Además el ácido tras la eliminación del revestimiento de óxido ataracá el hierro al descubrimiento. Esta etapa ulterior es antieconómica, tanto por el hierro formador de la lámina como por el ácido sulfúrico consumidos en el proceso. El sulfato ferroso producido debe recuperarse del baño y reconvertirse químicamente en hierro y ácido sulfúrico. Esto es un proceso muy caro y obviamente es extremadamente deseable disminuir al mínimo la necesidad de descubrir.

Los depósitos de incrustaciones que contienen cobre, presentan asimismo un problema sobre las superficies internas de recipientes de metal ferroso, tal como se utiliza en intercambiadores de calor y similares, y es convencional utilizar ácido en su eliminación.

Asimismo las superficies de acero dúctil, en la mayoría de medios ambientes industriales, se someten a un ataque corrosivo mediante una atmósfera que contiene gases ácidos. Comúnmente, éstos serán el anhídrido carbónico, anhídrido sulfúrico y anhídrido sulfúrico y ácido clorhídrico junto con vapor de agua. Esto es asimismo un serio problema que usualmente solo se soslaya mediante el uso de preparaciones de revestimiento y recubrimientos caros.



5. Ahora hemos hallado que yodo solubilizado, que no se ha utilizado o recomendado previamente es un inhibidor muy efectivo contra el ataque en superficies metálicas tanto por soluciones ácidas como por atmósferas ácidas, y para este propósito puede adicionarse a un baño de tratamiento ácido.

10. Así cuando se adiciona yodo solubilizado a un baño ácido para la eliminación de incrustaciones, permite eliminar libremente, no solo las incrustaciones, sino que asimismo reduce la susceptibilidad del metal descubierto al ataque de ácido, tanto en el propio baño de tratamiento como subsiguientemente, por ejemplo en exposición a gases ácidos.

15. Por consiguiente, la invención proporciona un método para reducir la susceptibilidad de una superficie de metal al ataque por ácido que comprende tratar la superficie del metal con una composición de yodo solubilizado, en presencia de ácido en una concentración de 1,0% pero-por-peso.

20. Por el tratamiento "yodo solubilizado" como aquí se utiliza, se entiende yodo en forma soluble. Yodo solubilizado incluye como solución acuosa de yodo (la baja solubilidad del yodo en agua es suficiente para dar una solución que tiene una concentración efectiva para utilizar en el presente invento), una solución alcohólica de yodo y una solución yodo en un metal alcalino, por ejemplo yoduro potásico. El término

25.



incluye asimismo, yodo solubilizado por combinación o asociación con un agente de actividad superficial, y en el presente se prefiere esta realización.

5. Ejemplos de esta forma de yodo solubilizado incluyen el grupo de composiciones conocidas como "Iodósforos" pueden definirse como composiciones en las que el yodo está solubilizado por un agente de actividad superficial en una extensión tal que una proporción apreciable de la composición consta de yodo "libre" o "disponible".

10. El método para tratamiento de superficies metálicas de acuerdo con la invención es aplicable en particular a superficies de metales ferrosos, tal como hierro, en particular en la forma de acero dúctil, pero puede aplicarse asimismo a metales no ferrosos. Al realizar el tratamiento es preferible tener presente en la solución de tratamiento, la cantidad de yodo y de agente de actividad superficial que impartirán al metal descubierto una resistencia apreciable al ataque por reactivos ácidos. Las concentraciones apropiadas de yodo en la solución de tratamiento expresado como yodo total, se hallan dentro de la gama de 0,001 a 1,0% p/p.

15. Cuando la solución de tratamiento contiene yodo solubilizado con un agente de actividad superficial la concentración del mismo se preferirá dentro de la gama de 0,002 a 1,0% p/p.

20. Cuando la solución de tratamiento contiene yodo solubilizado con un agente de actividad superficial la concentración del mismo se preferirá dentro de la gama de 0,002 a 1,0% p/p.

25.



20.

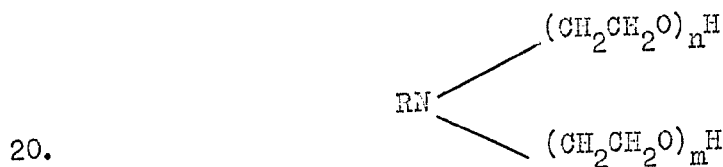
5. Al tratar la superficie metálica con un baño ácido, el tratamiento será en general convencional desde el punto de vista del ácido utilizado y la concentración de tal ácido será de 1,0% p/p. Sin embargo, el baño ácido contendrá el yodo solubilizado de acuerdo con la invención y la invención incluye dentro de su objeto baños ácidos para el tratamiento de superficies de metal que incluyen yodo solubilizado, con un agente de actividad superficial, este se puede seleccionar de una amplia gama de compuestos de los cuales son ejemplos las clases siguientes:

10.

(a) condensados de aminas terciarias polialcoxi di-H sustituidas.

(b) condensado de amidas polialcoxi-di-N sustituidas.

15. Estas clases pueden representarse por la fórmula general



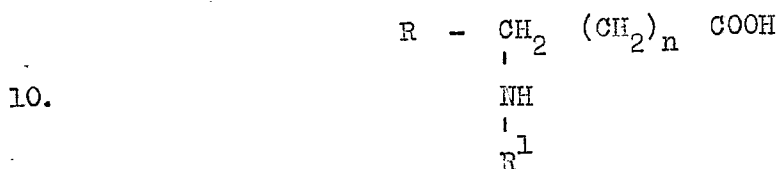
en la que

25. R representa un grupo alquílico graso, que contiene de 1 a 25 átomos de carbono o un grupo RCO en el que R tiene la significación dada y



n y m son enteros de 2 a 48, que pueden ser iguales o diferentes.

- (c) sulfatos de éter alquílico.
- (d) condensados de óxido de etileno de nonilfenol.
- 5. (e) agentes de actividad superficial anfotéricos. Por ejemplo los de la estructura:



15. en la que el grupo R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquílico que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, el grupo  $\text{R}^1$  representa una cadena de hidrocarburo que puede ser saturada y contiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aralquílico o cicloalquílico que contiene tal cadena y n es un número entero de 1 a 5. Preferentemente  $\text{R}^1$  representa una cadena alquílica grasa de 8 a 20 átomos de carbono.

- 20. (f) Etanolaminas, de preferencia alcanolaminas inferiores, a saber alcanolaminas  $\text{C}_{1-6}$ .
- 25. (g) Fosfato ésteres, tales como fosfato tributoxi-etílico.
- (h) Aminas alquílicas, tales como por ejemplo aminas grasas  $\text{C}_8$ - $\text{C}_{20}$ .



29 NOV. 1967

5. Como se estableció anteriormente, la composición yodo-agente de actividad superficial puede tomar la forma de un iodóforo, como se determinó anteriormente, en cuyo caso algo del yodo está presente como yodo "libre" o "disponible". Sin embargo, esto no es necesario para realizar la invención que deban utilizarse combinaciones de agentes de actividad superficial con yodo que no formen iodóforos. Ejemplos de agentes de actividad superficial con los cuales es posible esto, son los sulfatos de éter alquílico, condensados de óxido de etileno de nonilfenol y etanolaminas se mencionó anteriormente.
- 10.

15. La combinación de los agentes de actividad superficial de las clases c, f, g y h con yodo representa composiciones nuevas y se incluyen con la presente invención.

El yodo puede introducirse en la composición en la forma de yodo elemental así como también de sus soluciones en yoduros.

20. En la preparación de composiciones de yodo y agente de actividad superficial se adiciona comúnmente una pequeña cantidad de ácido, por ejemplo ácido fosfórico, para mantener el valor de pH por debajo de 7 y así se previene la formación de oxianiones de yodo no deseados.
- 25.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención.

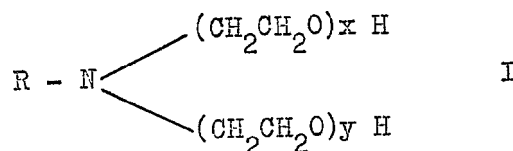


EJEMPLO 1

Fórmula A

Esta composición se realizó como sigue.

5. Cinco gramos de una amina terciaria (marca Ethomeen C-25) de la estructura



10.

en la que R es un grupo alquílico de ácido graso y los dos grupos de polioxietileno son tales que  $x + y = 15$  y el peso molecular medio del compuesto es 860, se calentó a 45° C en un recipiente de vidrio y se adicionaron lentamente con agitación 2 gramos de yodo. Se adicionó a esto una solución que consta de 92,3 gramos de agua y 0,7 gramos de ácido fosfórico.

15.

Fórmula B

20.

Esta se realizó similarmente, y tiene la siguiente constitución que tiene la fórmula  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{SO}_3\text{Na}$ .



	<u>% p/p</u>
Ethomeen C25	15.0
Yodo	10.0
Acido fosfórico	0.7
5. Agua	<u>82.3</u>
	<u>100.0</u>

Fórmula C

10. 50 gramos de una solución acuosa alcohólica activa al 27% de la sal sódica de sulfato de éter laurílico (marcas Perlankrol ESB, Perlankrol BSA 27) se calentó suavemente y se disolvieron en ella 2 gramos de yodo. A esta mezcla se adicionó una solución que consta de 0,7 gramos de ácido fosfórico y 47,3 gramos de agua.

15. Se desengrasaron tiras de acero dúctil brillante (3" x 1") con tetracloruro de carbono, se numeraron pasando y sumergiendo en 250 cc de las soluciones de prueba especificada en la table 1, durante 1 hora a 95°. Luego se lavaron en agua caliente, se secaron y pasaron.

20. Los resultados obtenidos fueron como sigue:



TABLA I

	Solución de ensayo	Inhibidor presente	Peso inicial de la tira	Peso final de la tira	Peso perdido	% de envejecimiento por peso perdido
5.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	A al 0,1% p/v	18.7762 g	18.7522	0.0240g	0.18
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	B al 0,1% p/v	17.3595 g	17.3538	0.0057g	0.033
10.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	C al 0,1% p/v	18.6652 g	18.5652	0.1000g	0.536
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	No	17.1890 g	9.0656 g	8.1234g	47.3



Estos resultados muestran claramente el efecto inhibitorio que tienen sobre el efecto de ácido sulfúrico los complejos yodo-agentes de actividad superficial.

5.

EJEMPLO 2

Fórmula B

Como en el ejemplo 1

Fórmula D Consta solamente de Ethomeen C25

Fórmula E

10.

Se realiza como sigue:

57,7 gramos de condensado de óxido de etileno de nonilfenol con 15 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol (marca Antarox CO 730) se calentó a 65° C, con agitación y se vertió en una vasija de vidrio con agitador. Se continuó la agitación mientras que la temperatura se hizo descender a 60°. En esta temperatura de yodo se adicionó lentamente como disolución hasta que se adicionaron 27,9 gramos. Luego se continuo la agitación a 60° C durante 3 horas. La

15.

mezcla se enfrió luego a 40° C sin parar la agitación,

20.

14,4 gramos de un condensado de óxido de etileno de nonilfenol, con 4 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol (marca Antarox CO 430) se calentaron asimismo a 40° C, al propio tiempo y luego se adi-

25.

cionaron lentamente, con agitación, a la mezcla yodo-



5. Antarox CO 730. Se continuó la agitación durante otros 30 minutos a 40° C. La mezcla se enfrió luego a 27° C y se mantuvo a esta temperatura durante la noche. En este momento, se formó una cierta cantidad de precipitado. El licor sobrenadante se extrajo y se halló que era un líquido homogéneo con un contenido disponible de yodo de 20% p/p.

10. Tiras de acero dúctil brillante (3" x 1") se desengrasaron con tetracloruro de carbono, se numeraron, se pesaron e inmurgieron en soluciones de ensayo, especificadas en la tabla II, durante 1 hora a 95° C. Luego se enjuagaron en agua caliente, se secaron y pesaron.

Los resultados obtenidos fueron como sigue:



TABLA II

Solución de prueba		Inhibidor presente	Peso inicial de la muestra	Peso final de la muestra	Pérdida de peso	% de pérdida de peso por envejecimiento
5.	Contenido					
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	B al 0.1% p/v	18.7094	18.3555	0.3539	1.94
10.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	D al 0.1% p/v	18.6869	14.3802	4.3067	23.0
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	E al 0.1% p/v	17.1640	17.1110	0.0530	0.31
15.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	Nada	18.7140	12.6575	6.0565	32.3



29 Nov 1967

- Estos resultados muestran claramente el efecto inhibitorio que tienen los complejos de yodo-agente de actividad superficial sobre el ácido sulfúrico. Los resultados obtenidos con la fórmula D que constan del agente de actividad superficial de la fórmula B sin ningún yodo presente, en especial un 23,0% de pérdida de peso, muestran claramente la importancia de la presencia del yodo "complejado".
- 5.

### EJEMPLO 3

10. Una serie de diluciones de la fórmula E, verificadas como en el ejemplo 2, se utilizaron con objeto de determinar si la relación de corrosión se refería a la proporción del inhibidor presente en la solución.

15. Utilizando el procedimiento experimental como se describe en el Ejemplo 2, los resultados son como sigue:



TABLA III

	Solución de ensayo	Fórmula % p/v	Peso inicial de la muestra	Peso final de la muestra	Pérdida de peso	Pérdida de peso % por envejecimiento
5.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	0.2000	17.4264	17.3903	0,0361	0.260
		0.1000	17.2078	17.2388	0.0590	0.340
		0.0500	18.7360	18.6456	0.0904	0.484
10.		0.0250	18.5759	18.4359	0.1400	0.796
		0.0125	17.2761	17.0621	0.2140	1.240
		0.0062	17.5830	17.3048	0.2782	1.595

15. Los resultados se representan gráficamente en la figura 1 de los dibujos que se acompañan. Muestran en forma completamente clara que por debajo de una concentración de 1000 p.p.m. de inhibidor, existe claramente una relación inversa entre la pérdida de peso en % por envejecimiento y la cantidad de inhibidor presente.
- 20.



Por encima de 1000 p.p.m., el efecto tiende a nivelarse, indicando así esto, en este caso, que no sería una ventaja económica tener más de 1000 p.p.m. presente.

5.

EJEMPLO 4

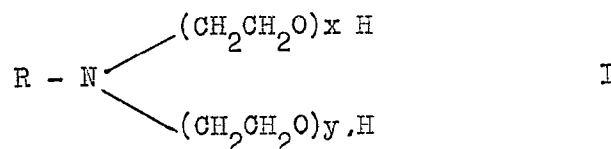
En este ejemplo se comprobó una clase de otros ácidos con un inhibidor realizado de acuerdo con la fórmula F.

10.

Fórmula F

70 gramos de una amina terciaria (marca Ethomeen 18/60) de la estructura 1

15.



20.

en la que R es un grupo estearil amino alquílico y los dos grupos polioxietilénicos son tales que  $x + y = 50$  y el peso molecular medio del compuesto es 2,470 se calentaron suavemente a 35°C. A esta temperatura se introdujeron agitando lentamente 20 gramos de yodo.

25.

El procedimiento experimental fue como sigue.

Tiras de acero dúctil brillante (3" x 1") se desengrasaron con tetracloruro de carbono, se numeraron,

29 NOV



se pesaron y se inmergieron en 250 cc de las soluciones de ensayo por una hora a temperatura ambiente (21°C) con 0,1% p/v de fórmula F presente. En el caso de ácido sulfúrico al 40%, sin embargo, la temperatura se mantuvo a 92°C. Las tiras se lavaron luego en agua caliente, se secaron y pesaron.

Los resultados obtenidos fueron como sigue:



15 Feb

= 18 =

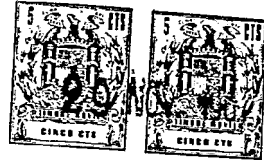
TABLA IV

Solución de ensayo	Inhibidor presente	Peso original	Peso final	Pérdida de peso	Pérdida de peso en % por envejecimiento
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 40% v/v	SI	17.5507	17.5095	0.0412	0.235
	SI	17.4309	17.3486	0.0823	0.472
	NO	17.2286	3.4420	13.7846	80.0
5. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 20% v/v	SI	16.6552	16.6524	0.0028	0.0169
	SI	18.4225	18.4192	0.0033	0.0179
	NO	17.4308	17.4235	0.0072	0.0413
HCl al 40% v/v	SI	17.1387	17.1348	0.0039	0.0228
	SI	18.3829	18.3812	0.0017	0.0256
	NO	18.5331	18.5055	0.0276	0.1489
10. HCl al 20% v/v	SI	17.4440	17.4410	0.0030	0.0172
	SI	17.4504	17.4472	0.0032	0.0183
	NO	18.4426	18.4334	0.0092	0.0500
HNO <sub>3</sub> al 25% v/v	SI	16.9656	16.3372	0.6284	3.7100
	SI	17.1902	16.5993	0.6309	3.6700
	NO	17.1725	16.5103	0.6622	3.8600
15. H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> al 40% v/v	SI	18.5164	18.5141	0.0023	0.0124
	SI	17.7439	17.7430	0.0009	0.0051
	NO	17.3839	17.3523	0.0316	0.1820
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> al 2% v/v	SI	17.6512	17.6486	0.0026	0.0147
	SI	17.6395	17.6370	0.0025	0.0142
	NO	17.4188	17.4082	0.0106	0.0610
20. NH <sub>4</sub> SO <sub>4</sub> al 20% v/v (ácido sulfámico)	SI	18.7890	18.7860	0.0030	0.0160
	SI	17.1829	17.1829	0.0026	0.0140
	NO	17.1823	17.1642	0.0181	0.1054
NH <sub>4</sub> SO <sub>4</sub> al 2% p/p	SI	17.4210	17.4187	0.0032	0.0183
	SI	17.2548	17.2515	0.0033	0.0191
	NO	17.2473	17.2375	0.0103	0.0600

TABLA IV

	Solución de ensayo	Inhibidor presente	Peso original	Peso f.
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 40% v/v	SI	17.5507	17.5091
		SI	17.4309	17.3480
		NO	17.2266	3.4420
5.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 20% v/v	SI	16.6552	16.6521
		SI	18.4225	18.4191
		NO	17.4308	17.4231
	HCl al 40% v/v	SI	17.1387	17.1341
		SI	18.3859	18.3811
		NO	18.5331	18.5051
10.	HCl al 20% v/v	SI	17.4440	17.4410
		SI	17.4504	17.4471
		NO	18.4426	18.4331
	HNO <sub>3</sub> al 25% v/v	SI	16.9656	16.3371
		SI	17.1902	16.5591
		NO	17.1725	16.5101
15.	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> al 40% v/v	SI	18.5164	18.5141
		SI	17.7439	17.7431
		NO	17.3839	17.3521
	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> al 2% v/v	SI	17.6512	17.6481
		SI	17.6395	17.6371
		NO	17.4188	17.4081
20.	NH <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> H al 20% v/v	SI	18.7890	18.7861
		SI	17.1855	17.1821
	(ácido sulfámico)	NO	17.1823	17.1641
	NH <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> H al 2% p/p	SI	17.4210	17.4181
		SI	17.2548	17.2511
		NO	17.2478	17.2371

5 P



Original	Peso final	Perdida de peso	Pérdida de peso en % por envejecimiento
	17.5095	0.0412	0.235
	17.3486	0.0823	0.472
	3.4420	13.7846	80.0
	16.6524	0.0028	0.0169
	18.4192	0.0033	0.0179
	17.4236	0.0072	0.0413
	17.1348	0.0039	0.0228
	18.3812	0.0047	0.0256
	18.5055	0.0276	0.1489
	17.4410	0.0030	0.0172
	17.4472	0.0032	0.0183
	18.4334	0.0092	0.0500
	16.3372	0.6284	3.7100
	16.5593	0.6309	3.6700
	16.5103	0.6622	3.8600
	18.5141	0.0023	0.0124
	17.7430	0.0009	0.0051
	17.3523	0.0316	0.1820
	17.6486	0.0026	0.0147
	17.6370	0.0025	0.0142
	17.4082	0.0106	0.0610
	18.7860	0.0030	0.0160
	17.1829	0.0026	0.0140
	17.1642	0.0181	0.1054
	17.4187	0.0032	0.0183
	17.2515	0.0033	0.0191
	17.2375	0.0103	0.0600



5. Estos resultados muestran claramente que a una temperatura ambiente, cuando la relación de corrosión será mucho más inferior que la del ácido sulfúrico al 25% p/p, a 95°C, existe un efecto de inhibición apreciable con los cuatro otros ácidos probados.

#### EJEMPLO 5

10. En el ejemplo, después de haber completado el experimento de corrosión ácidas, las piezas de metal de la solución de control y las soluciones B y C se expusieron a la atmósfera de laboratorio durante dos meses.

#### Resultados

15. La pieza de control de metal se halló que estaba considerablemente corroida con una superficie deslustrada y una gran cantidad de herrumbe adherida. El metal eliminado de la solución B se halló, tras dos meses de reposo que tenía una superficie pulida y brillante con solamente unas pocas manchas de herrumbe aquí y allí. El metal eliminado de la solución C se  
20. halló que estaba algo más herrumbroso que el extraído de la solución B, pero que aun era mucho mas brillante y menos corroido que la pieza de control.

25. Estos resultados ilustran claramente la inhibición producida frente a la corrosión atmosférica mediante inmersión del metal en las soluciones de

29 NOV.



ácido inhibidas con agentes de actividad superficial y yodo.

#### EJEMPLO 6

5. Un experimento similar se realizó sobre las cuatro piezas de metal extraídas de las soluciones inhibidas B, D y E y de la solución de control en el ejemplo 2.

10. Las piezas de metal después de la inmersión, lavado, secado y pesado fueron expuestas a la atmósfera del laboratorio durante 2 meses.

#### Resultados

15. La pieza de metal de la solución de control, como anteriormente, estaba corroida malamente y cubierta con una capa de herrumbe. Se obtuvo un resultado similar con el metal extraído de la solución D.

20. Las tiras de metal extraídas de la solución B y E, sin embargo, estaban en muy buena condición, especialmente la pieza E. Sobre la pieza E la superficie era aun brillante y existía muy pequeñas trazas de herrumbe. La pieza B no estaba enteramente en una condición tan buena ya que la superficie estaba ligeramente deslustrada y existían áreas locales de herrumbe. Sin embargo, su condición era mucho mejor que la de la pieza de control.

25.



5. Estos resultados indican asimismo que las soluciones de agente de actividad superficial y yodo tenían un efecto inhibitorio definitivo sobre la corrosión atmosférica que se produjo en la exposición de una pieza de metal. Además, los resultados D, producidos cuando solo estaba presente uno de los agentes de actividad superficial utilizados, muestra claramente que el yodo es un constituyente necesario del inhibidor.

10. EJEMPLO 7

Fórmula G

15. Esta composición se efectúa como sigue. Un vaso mezclador de cristal se cargó con 70 g de una solución al 55% del derivado N-coco alquílico de ácido aminobutírico, (nombre registrado "Armeen Z"), y 20 gramos de yodo, los dos substituyentes se mezclaron entre sí y, por medio de una camisa de vapor, se incrementó la temperatura de la mezcla entre 85 y 99° C. Luego se adicionó agua para contrarrestar las pérdidas por evaporación.

20. Se continuó la calefacción durante 30 minutos. Inicialmente, se separó el agua como la capa superior, pero cuando se continuo calentado, la capa aceitosa inferior se difundió a través de la fase acuosa para dar un líquido negro uniforme que no se separó el

25. enfriar a 10° C.

29 NOV.



Por esta razón la fórmula C tiene la constitución:

	<u>G</u>	<u>% P/P</u>
	Yodo	22,25
5.	Agua	35,00
	Derivado del ácido beta-amino butírico.	<u>42,75</u>
		100,00
		-----

10. Al preparar 0,1% w/v de solución de ácido del inhibidor se halló que 0,1 g disueltos en 0,3 cc de dimetilformamida ayudada a la solubilización.

Fórmula H

15. Esta composición se efectuó como sigue. Un vaso mezclador de cristal se cargó con 70 g de dietanol-amina



20. y 20 g. de yodo se introdujeron con lenta agitación sin calentar. Al adicionar el yodo, la solución se calentó mucho. Se produjo un líquido claro amarillo pálido que era soluble con agua en todas las proporciones.



Fórmula I

Esta composición se realizó como sigue. 70 g de una mezcla de aminas primarias (nombre registrado "Armeen 18D") que tiene la constitución siguiente:

5.	<u>Armeen 18D</u>	<u>% p/p</u>
	Estearilamina (C18)	85,5
	Palmitilamina (C16)	12,5
	Margarilamina (C17)	<u>2,0</u>
10.		<u>100,0</u>

se cargó en un vaso mezclador de cristal, Por medio de una camisa de vapor, la mezcla se calentó suavemente hasta que se presentó fusión. Entonces se introdujeron lentamente agitando 20 g de yodo. La solución homogénea resultante se calentó mucho y a continuación solidificó al enfriar el producto.

Al preparar soluciones de ácido al 0,1% W/v del inhibidor, se pesó el mismo sólido.

En la preparación de las fórmulas C H e I, la cantidad de calor desprendido de la mezcla al adicionar yodo resultó claramente que se había verificado una reacción química entre el yodo y el compuesto de actividad superficial presente.



Procedimiento

Tiras de acero dúctil brillante (3" + 1") se desengraron con tetracloruro de carbono, se numeraron, se pesaron y se inmergieron en las soluciones de ensayo a 90 o 95° C durante una hora. Luego se lavaron en agua caliente, se secaron y pesaron.

5.

Resultados

	Solución de ensayo	Inhibidor presente	Temperatura °C	Peso inicial de la tira	Peso final de la tira	Pérdida de peso	% en pérdida de peso.
10.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	nada	90°	17.90538	14.84508	3.06038	23.090
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	G al 0.1% p/v	90°	18.6880	18.6595	0.0285	0.152
15.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	H al 0.1% p/v	95°	17.0288	17.0045	0.0243	0.142
20.	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	I al 0.1% p/v	90°	18.7071	18.6480	0.0591	0.315



29

5. Estos resultados indican claramente que la composición de yodo producida con un agente de actividad superficial anfolítico, con una alcanolamina y con una alquilamina son inhibidores extremadamente efectivos frente al ataque ácido.

10. Tras haber realizado estos ensayos se ha hallado que las muestras de ácidos tratados con composición de agente de actividad superficial-yodo inhibían soluciones de ácido sulfúrico reteniendo su brillantez original, apariencia fluida y permanecían exentas de orin durante varios meses cuando se hallaban en una atmósfera de laboratorio corrosiva. Este efecto fué particularmente observado con la fórmula C.

15. La muestra que había sido tratada ácido sulfúrico sin inhibidor se oscureció al tratarla con ácido y se cubrió de una capa de herrumbre dentro del espacio de dos semanas cuando se expuso bajo las mismas condiciones.

20. EJEMPLO 8

Fórmula F

25. Esta composición se efectuó como se define en el ejemplo 4. Tiras de acero dúctil y brillante (3" x 1") se recubrieron densamente de escama de óxido al calentar en una llama Bunsen hasta calentamiento al rojo.



Luego se inmergieron en solución de ensayo de 25% w/v de  $H_2SO_4$  a 90° C, que contenía 0,1% p/v de fórmula F. Una solución de control no presentada inhi-  
bidor.

5. Resultados

En la solución ácido inhibida, se observó que las escamas de óxido se separaban completamente en 10 minutos. Sin embargo, el ataque ulterior sobre el metal de base se efectuó en una relación muy baja.

10. Esta relación se halló que correspondía con el resultado dado en el ejemplo 4 para 20% de v/v  $H_2SO_4$  conteniendo inhibidor.

15. En la solución de control sin inhibidor, las escamas de óxido se separaron completamente en algo menos de 10 minutos. Entonces el ataque sobre el metal de base continuo en la misma relación y dentro de una hora se registró una serie de peso casi el 50%. Por consiguiente utilizando este poco de inhibidor o sin inhibición se ocasiona claramente la separación de escamas de óxido.

20.

EJEMPLO 9

Fórmula F

25. Esta composición se verificó como en el ejemplo 4.



5. Tiras de acero inoxidable (grado 18/8 y aluminio (aleación DSR70) se desengrasaron a vapor en tetracloruro de carbono se enumeraron y pesaron. Luego se inmergieron durante una hora en las soluciones de control y ensayo, que constan de 25% v/v de solución de  $H_2SO_4$  a 60° con y sin inhibidor F. Luego se lavaron en agua caliente, se secaron y pesaron.

Resultados

	Metal	Solución de ensayo	Inhibidor presente	Peso inicial	Peso final	Pérdida de peso	% pérdida de peso
10.	Aluminio	$H_2SO_4$ al 25% v/v	Ninguno	5.0391	5.0037	0.0354	0.705
15.	"	"	F al 0.1% p/v	5.1319	5.1060	0.0259	0.505
	"	"	"	5.0882	5.0620	0.0262	0.515
20.	Acero inoxidable	"	Ninguno	13.3038	12.1374	0.1664	1.25
	"	"	F al 0.1% p/v	12.5806	12.5806	Nada	Nada
	"	"	F al 0.1% p/v	12.4760	12.4760	Nada	Nada
25.							

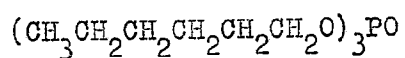


Los resultados indican claramente el efecto inhibitorio que la composición F de yodo tiene sobre ataque ácido en aluminio y acero inoxidable, especialmente acero inoxidable.

EJEMPLO 10

Fórmula J

Esta composición se verificó como sigue. Se cargó un vaso mezclador de cristal con 70 g de fosfato tributoxietílico



que se calentó luego a 40° C. Luego se añadieron lentamente agitando 20 gramos de yodo. La mezcla se enfrió para formar un líquido espeso.

Procedimiento

Se utilizó el mismo procedimiento que se describe en el ejemplo 7, excepto que se utilizó una temperatura de 60°C en lugar de 90°C o 95°C.



Resultado

Solución de ensayo	Inhibidor presente	Peso inicial de la tira en gramos	Peso final de la tira en gramos	Pérdida de peso en gramos	% de pérdida de peso
5. $H_2SO_4$ al 25% v/v	Ninguno	18.8366	16.9628	1.8738	9.95
$H_2SO_4$ al 25% v/v	J al 0.1% v/v	17.1689	17.1383	0.0306	0.178

10.

EJEMPLO 11

Fórmula F

15.

Esta composición se verificó como en el ejemplo 4. Tiras de cinc de elevada pureza y piezas de manganeso se pesaron. Se inmergieron para los tiempos abajo expresados en la solución de control y de ensayo, que consta de 25% v/v de  $H_2SO_4$  con y sin inhibidor. Luego las mezclas se lavaron en agua caliente, se secaron y pesaron.

20.



Resultados

	Metal	Solución de ensayo	Inhibidor presente	Tiempo de exposición	Peso inicial en gramos	Peso final en gramos	Pérdida de peso en gramos	% pérdida de peso
5.	Fin	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 25% v/v	Ninguno	10 mins.	6.0824	3.6908	2.3916	39.35
	"	"	F al 0.1% p/v	10 mins.	5.9618	5.4538	0.5030	8.45
10.	Manganeso	"	Ninguno	4 mins.	8.1305	1.8520	6.2785	77.40
	"	"	F al 0.1% p/v	4 mins	8.1775	6.2900	1.8875	23.05

15.

Estos resultados, combinados con los del aluminio en el ejemplo 9, indican que este tipo de inhibidor de composición de yodo es útil para una amplia gama de metales no férreos y asimismo acero dúctil e inoxidable.

20.

29 NOV. 1966

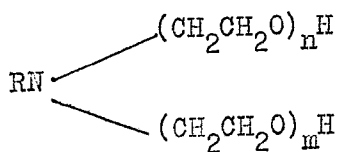


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad solicitud de patente británica nº 53677/66 del 30.11.66

5. 1.- Procedimiento para reducir la susceptibilidad de una superficie de metal al ataque por ácido, caracterizado porque comprende tratar la superficie del metal con una composición de yodo solubilizado en presencia de ácido en una concentración de 1,0% peso por peso por lo menos.
10. 2.- Procedimiento, como se indica en la reivindicación 1, en el que el yodo se solubiliza por combinación o asociación con un agente de actividad superficial.
15. 3.- Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente de actividad superficial tiene la fórmula.

20.



29 NOV



en la que

R representa un grupo alquílico graso que contiene de 1 a 25 átomos de carbono o un grupo RCO en el que R tiene la significación dada y n y m son enteros de 2 a 48, que pueden ser los mismos o diferentes.

5.

4.- Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente de actividad superficial es un sulfato de éter alquílico.

10.

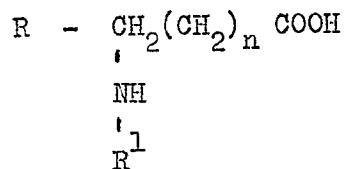
5.- Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente de actividad superficial es un condensado de óxido de nonilfenoletileno.

15.

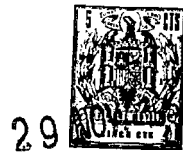
6.- Procedimiento, según la reivindicación 6, en el que el agente de actividad superficial es un agente de actividad superficial ácido lítico.

7.- Procedimiento, según la reivindicación 6, en el que el agente de actividad superficial ampolítico, tiene la fórmula

20.



en la que el grupo R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquílico que contiene de 1 a 8 átomos de



5. carbono, el grupo  $R^1$  representa una cadena de hidrocarburo que puede estar insaturada y contiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aralquílico o cicloalquílico que contiene una de tales cadenas y n es un número entero de 1 a 5.
- 8.- Procedimiento, según la reivindicación 2 en el que el agente de actividad superficial es una alcoholamina.
- 9.- Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente de actividad superficial es un fosfato de éter.
- 10.- Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el agente de actividad superficial es una alquilamina.
- 11.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la concentración del yodo total en la solución de tratamiento es de 0,001 a 1,0% p/p.
- 12.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la concentración del agente de actividad superficial es de 0,002 a 1,0% p/p.
- 13.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el baño de tratamiento contiene aproximadamente 25% de ácido sulfúrico.



29 NOV.

14.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el metal es un metal ferroso y el yodo solubilizado se adiciona a un baño convencional para la eliminación de óxido.

5.

15.- Procedimiento, según la reivindicación 1, para la eliminación simultánea de escamas utilizando un baño de dilución ácida y protección de metal así desnudo del ataque por el baño de dilución ácida caracterizada porque comprende tratar el metal que comporta escamas con un baño de dilución ácida apropiado para la eliminación de escamas, que contiene yodo en forma solubilizada como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en una cantidad efectiva para reducir la susceptibilidad del metal desnudo al ataque por ácido.

10.

15.

16.- Procedimiento para reducir la susceptibilidad de una superficie de metal al ataque por ácido.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 34 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

20.

Madrid, a 29 de Noviembre de 1967

P. a.

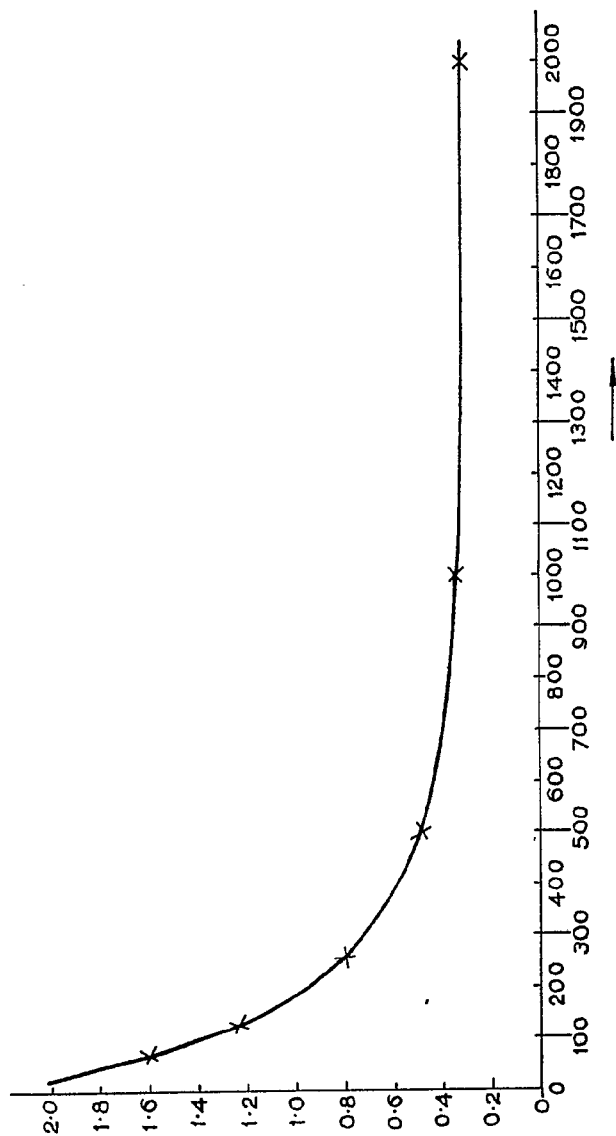
JAIMÉ ISERA

P. a.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ

347716

347796



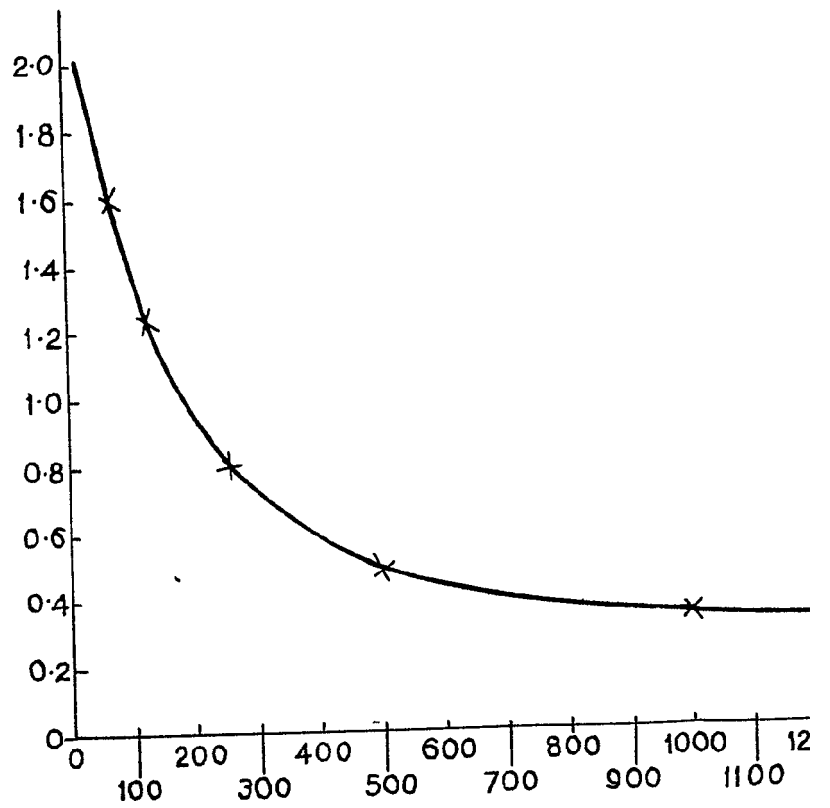
Madrid, 29 MAY 1967

Jaime Isern

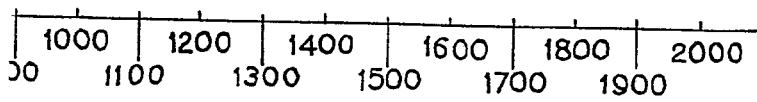
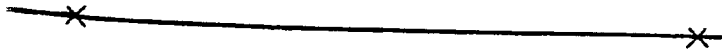
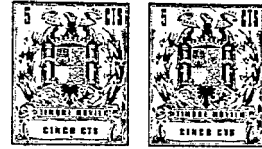
ff

*% Diversey Española, S. A.*

347.796



347796



Madrid, 29 NOV. 1967  
pp. Jaime Isern

