

Développement et caractérisation d'un procédé de passivation de dernière génération: SLOTOPAS AL 4270

L'aluminium est un matériau technique très important. Son utilisation ne cesse de croître dans de nombreux secteurs industriels en raison de sa légèreté et de sa grande ductilité. Pour protéger les surfaces en aluminium des influences environnementales et de la corrosion, il est usuel de recourir à des procédés chimiques et électrochimiques visant à modifier leurs propriétés. Une méthode éprouvée consiste à utiliser des procédés de conversion qui forment une couche de protection et d'adhérence liée chimiquement à la surface métallique.

Ingo Messerschmid,
Thomas Haberfellner,
Dr.-Ing. Mark-
Daniel Gerngross

Pendant des décennies, les revêtements de conversion à base de chrome (VI), ont été considérés comme des systèmes standards de protection contre la corrosion et comme des sous-couches favorisant l'adhérence des revêtements appliqués en post-traitement. Cependant, les exigences croissantes, tant réglementaires (REACH) qu'en matière de sécurité au travail et environnementale, obligent à trouver des solutions à base de chrome (III) offrant des résultats équivalents, voire supérieurs en termes de protection et de robustesse de procédé. Jusqu'à présent, les solutions exemptes de chrome (VI) n'atteignent ces performances que de manière limitée. C'est pourquoi Schlötter s'est concentré sur le développement d'une passivation à teneur réduite, à base de chrome (III) et de zirconium. Le résultat de ce travail de développement est la passivation SLOTOPAS AL 4270.

CE QUI MOTIVE CE DÉVELOPPEMENT

En 2023, la société 3RM Oberflächen GmbH & Co. KG a mis en service une installation hautement automatisée, dédiée aux procédés de passivation, pour le traitement de pièces en aluminium. La nouvelle usine dispose ainsi d'équipements permettant de contrôler et de gérer les procédés afin de garantir un niveau élevé d'efficacité, de flexibilité et de capacité d'intégration.

Elle permet de créer les conditions techniques adaptées tant pour les applications conventionnelles de passivation que pour la mise en œuvre de nouveaux développements,

tels que SLOTOPAS AL 4270. L'association d'une technologie innovante et d'une formulation chimique optimisée garantit de répondre aux exigences futures en matière de protection contre la corrosion, de durabilité et de sécurité (Cf. Image 1).

EXIGENCES RELATIVES AUX COUCHES DE CONVERSION ET AUX PRODUITS DE PASSIVATION

Lorsque le pH est correctement réglé, les solutions de passivation contenant du chrome (III) forment des couches de conversion qui, après rinçage et séchage, présentent les caractéristiques souhaitées, tant du point de vue esthétique qu'en matière de protection contre la corrosion. Durant la phase de traitement, l'aluminium subit une dissolution de surface. Cette étape initiale est suivie de la formation d'une couche résultant des réactions de conversion. Les additifs, spécialement conçus pour éviter les effets secondaires indésirables, permettent ainsi de stabiliser le procédé et d'obtenir une longue durée de vie du bain. Ils favorisent également la formation d'une couche de conversion transparente et homogène.

Un contrôle simple et régulier du bain est essentiel au bon fonctionnement de la solution de passivation. Il convient donc de maintenir constante la valeur du pH et de garantir la reproductibilité des résultats dans une large gamme de température. Le procédé de passivation SLOTOPAS AL 4270 répond à ces exigences et peut être utilisée dans une plage de température comprise entre 15 et 40°C. Une filtration continue renforce en outre la stabilité du bain. La couche de passivation ainsi obtenue remplit un double rôle: d'une part elle agit comme agent fonctionnel garantissant une bonne adhérence lors des traitements ou applications ultérieurs, et d'autre part, comme couche de protection anticorrosion. Par protection anticorrosion, on entend une couche protectrice autonome, transparente et inorganique, qui ne nécessite aucun revêtement organique supplémentaire tout en offrant une barrière contre les agents corrosifs. L'augmentation de l'épaisseur et du poids de couche, entraîne une coloration jaune légèrement irisée de la couche de conversion initialement presque incolore. L'intensité de cet effet optique dépend également de la topographie de la surface du substrat,

Image 1 :

Présentation d'une vue de la nouvelle usine hautement automatisée dédiée aux procédés de passivation de pièces en aluminium.



1

qui est fortement influencée par les étapes préalables de prétraitement mécanique ou chimique.

Dans le cadre de notre engagement à garantir des standards supérieurs de qualité en matière de protection contre la corrosion, nous recommandons que la passivation SLOTOPAS AL 4270 de Schlötter soit utilisée à une concentration élevée, jusqu'à 200 ml/l, à des températures situées entre 30 et 40 °C, et à des temps d'immersion de 3–4 minutes. Les couches de conversion formées dans ces conditions se caractérisent par une épaisseur de couche constante et une protection fiable contre la corrosion. Même après une charge de bain de 2,0 m²/l et une période d'exposition de 336 heures à un test de brouillard salin, les échantillons testés en AlMg1 (AW-5005) ne présentent aucune trace de corrosion.

Si une excellente compatibilité avec des procédés de laquage et d'adhérence est requise, celle-ci peut être obtenue avec des concentrations d'environ 100 ml/l, des temps d'immersion plus courts et à des températures plus basses.

Le poids de couche est déterminé comme suit :

Application	Concentration [ml/l]	Valeur du pH	Temp. [°C]	Durée d'immersion [sec.]	Poids de couche [g/m ²]
Protection contre la corrosion	200	3,8 – 3,9	30	240	0,25 – 0,35
Primaire d'adhérence	100	3,8 – 3,9	30	90	0,07 – 0,14

Dans le cadre d'essais en laboratoire avec une charge de bain de 2,0 m²/l (correspondant à 670 plaques standard pour 4,5 litres de solution), l'analyse chimique a été menée à cette charge, de façon continue, tout au long de l'expérience.

L'analyse de la composition du bain a été principalement effectuée par titrage, le bain étant alimenté si nécessaire. Afin de permettre une surveillance et un suivi ciblés des concentrations de chrome (Cr) et de zirconium (Zr), une analyse ICP (plasma à couplage inductif) a également été réalisée. Les quantités nécessaires à l'alimentation pour stabiliser le bain se situaient en moyenne à 50 ml/m².

Les tests d'adhérence tels que les tests de résistance aux chocs multiples (DIN EN ISO 20567-1), de quadrillage (DIN EN ISO 2409) et d'arrachement (DIN EN ISO 4624) sont les méthodes usuelles d'évaluation quantitative de l'adhérence des revêtements et des systèmes d'assemblage. Afin d'assurer la fonctionnalisation optimale de la couche de conversion en tant que primaire d'adhérence, il est impératif que ces tests soient réalisés avec une reproductibilité rigoureuse. Ils reflètent directement l'interaction entre la sous-couche, la couche de conversion et le revêtement ou promoteur d'adhérence appliqué ultérieurement. À cet égard, la passivation SLOTOPAS AL 4270 répond aux exigences requises tant au niveau du procédé en lui-même que de la couche obtenue. Elle permet d'obtenir une couche de conversion d'un poids défini, une morphologie de surface homogène et sans défaut après traitement. Le procédé est d'une grande robustesse, ce qui se traduit par une valeur de pH stable, une faible sensibilité aux ions d'aluminium et aux ions métalliques étrangers. Une bonne filtration et une gestion constante du bain garantissent la fiabilité de la performance de la couche de conversion dans les applications industrielles exigeantes.

GARANTIE DE LA QUALITÉ DES PRODUITS ET ANALYSE DE LEURS PERFORMANCES

La stratégie qualité de la société Dr.-Ing. Max Schlötter GmbH & Co. KG repose sur trois axes principaux : la fiabilité des produits, la stabilité des procédés et la satisfaction des utilisateurs.

Ces trois axes caractérisent le travail de développement, notamment grâce à une sélection rigoureuse des matières premières les plus adaptées. Outre les critères physico-chimiques, les exigences environnementales, de durabilité, de conformité REACH et de disponibilité à long terme sont également prises en compte. Chaque matière première est évaluée de manière analytique avant d'être transformée, et chaque produit fini est soumis à un contrôle complet à la sortie afin de garantir le respect des spécifications définies. Les composants de la passivation SLOTOPAS AL 4270 sont fabriqués exclusivement dans les installations de production de l'entreprise, sur le site de Geislingen/Steige, ce qui garantit sa qualité élevée, la reproductibilité du procédé ainsi que la fiabilité de l'approvisionnement.

Dans le cadre du développement de la passivation SLOTOPAS AL 4270, les équipes de Schlötter ont réalisé des tests approfondis de résistance et de stabilité. L'aspect visuel de la passivation a été particulièrement surveillé. En effet, les processus de réaction chimique peuvent entraîner un effet de trouble, la formation de produits de réaction indésirables ou même des précipitations dans le bain. Grâce à l'utilisation d'un modèle cause-effet systématique, à la sélection ciblée de produits adaptés et d'agents complexants performants, il a été possible d'obtenir une stabilité du bain exceptionnelle. Les tests de résistance menés sur plusieurs mois ont également permis de déterminer la consommation spécifique du produit et les principaux facteurs influençant la formation de la couche de conversion. Les propriétés de la couche ont été validées par la détermination du poids de couche de la conversion et de son comportement à la corrosion à l'aide de tests au brouillard salin neutre (NSST).

La protection anticorrosion brute de la couche de conversion obtenue a été étudiée sur différents alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie (AW 2024, AW 5005, AW 5754, AW 6061, AW 7075). En raison des différentes compositions et microstructures des alliages, le comportement anticorrosion obtenu varie parfois considérablement. De plus, les étapes de prétraitement utilisées, telles que le dégraissage, le décapage ou la neutralisation, influencent également la qualité de la couche de conversion. Il est donc indispensable de connaître les alliages utilisés lors de la conception technique du procédé. Sur cette base, le prétraitement peut être optimisé de manière ciblée. Par défaut, le prétraitement est entièrement exempt de fluorure ; si la composition de l'alliage l'exige, du fluorure peut être ajouté via des additifs spécifiques dosés séparément. Les pièces en aluminium ou en alliage d'aluminium sont

utilisées non seulement dans les applications où la protection contre la corrosion est primordiale, mais aussi dans les domaines où l'adhérence des couches fonctionnelles appliquées ultérieurement est essentielle. Dans de tels cas, les couches de conversion obtenues servent de primaire d'adhérence pour les systèmes promoteurs d'adhérence, les peintures ou les systèmes d'étanchéité et permettent leur application directe sur la surface métallique prétraitée.

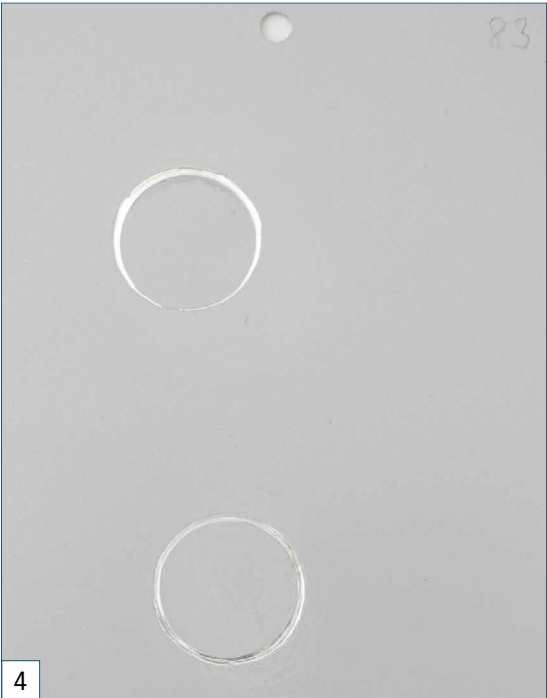
Afin d'évaluer quantitativement l'adhérence pouvant être obtenue avec la nouvelle couche de conversion, des tests d'adhérence indépendants ont été réalisés en Allemagne, à l'institut accrédité FEM, situé à Schwäbisch Gmünd. Afin de rendre les résultats aussi réalistes que possible, le FEM a effectué le traitement complet des échantillons sur site en respectant les étapes réelles du processus industriel. Ces étapes étaient les suivantes : dégraissage par bain chaud légèrement alcalin (SLOTOPAS AK 2790), décapage acide (SLOTETCH 590), neutralisation (SLOTXAL NTR 2940) et passivation (SLOTOPAS AL 4270).

Après le prétraitement, les échantillons en alliages AW 2024-T3, AW 6061-T6 et AW 7075-T6 ont été revêtus d'une peinture en poudre, homologuée selon GSB et QualiCoat (peinture en poudre STI, série P-G 20 Matte Smooth, RAL 9006). La réticulation a été effectuée à 190°C pendant 25 minutes. Ils ont ensuite été stockés pendant plus de 11 jours dans des conditions climatiques normales (23°C/50 % d'humidité relative) avant que les tests d'adhérence ne soient effectués.

MÉTHODES ET APPAREILS UTILISÉS

Application	Concentration [ml/l]	Valeur du pH	Poids de couche [g/m²]
Chocs multiples	DIN EN ISO 20567-1:2017-07	Résistance aux chocs de cailloux	Multi Grit Tester 508 VDA, Erichsen
Quadrillage	DIN EN ISO 2409:2020-12	Évaluation de l'adhérence	Appareil à lames multiples, TQC
Arrachement	DIN EN ISO 4624:2023-09	Détermination de l'adhérence	PosiTester, mtv Messtechnik oHG

Pour le test d'arrachement selon la norme DIN EN ISO 4624, des tampons cylindriques d'un diamètre de 20 mm ou de 10 mm ont été appliqués sur les surfaces passivées des échantillons, à l'aide d'un système adhésif homologué. Après durcissement complet de l'adhésif, les tampons ont été retirés verticalement dans les conditions de test définies. Les images des fracturations obtenues ainsi que les modèles caractéristiques de défaillance adhésive des surfaces en aluminium passivées avec SLOTOPAS AL 4270 sont présentés dans les **images 2 à 4**.



Les résultats de ces tests d'adhérence réalisés par l'institut de contrôle sont résumés comme suit : « Le système de prétraitement Schlötter s'avère être un agent d'adhérence efficace pour le revêtement en poudre choisi et utilisé sur tous les échantillons testés avec les différentes variantes d'alliages. Les résultats confirment une bonne adhérence uniforme du revêtement, indépendamment de l'alliage ou de la forme du matériau de base. »

En complément, Schlötter a fait réaliser une analyse XRF et GDOES par la société TAZ GmbH située à Aichach (Allemagne). Une plaque d'aluminium polie et une plaque d'aluminium brossée ont été examinées après passivation. L'objectif était d'évaluer l'influence du prétraitement mécanique sur la formation de la couche de conversion.

Les analyses montrent des différences significatives : sur la surface polie, les quantités de chrome et de zirconium détectées par unité de surface étaient environ deux fois moins élevées que sur la surface brossée. Cela s'explique par la topographie différente de la surface des deux échantillons. Par conséquent, malgré un prétraitement identique, des différences apparaissent dans la couche de conversion (Cf. Figure ci-dessous).

RÉSULTATS EN PRODUCTION

L'introduction du SLOTOPAS AL 4270 a directement permis d'atteindre des normes de qualité élevées et reproductibles. Les surfaces en aluminium non traitées ainsi que les sous-couche directement revêtues ou ayant reçu un promoteur d'adhérence ont satisfait de manière fiable aux exigences spécifiques en matière de corrosion et d'adhérence. Cela confirme l'adéquation industrielle du procédé en termes de stabilité, de rentabilité et de fiabilité.

PERSPECTIVES

La collaboration entre Dr.-Ing. Max Schlötter GmbH & Co. KG et 3RM Oberflächen GmbH & Co. KG montre que la combinaison d'une installation industrielle à la pointe de la technologie, d'une chimie innovante et d'une expertise pratique constitue une base solide pour répondre aux exigences futures du marché. SLOTOPAS AL 4270 allie durabilité écologique, normes de qualité supérieures et sécurité maximale, offrant ainsi une solution d'avenir pour la passivation de l'aluminium de nouvelle génération. ■

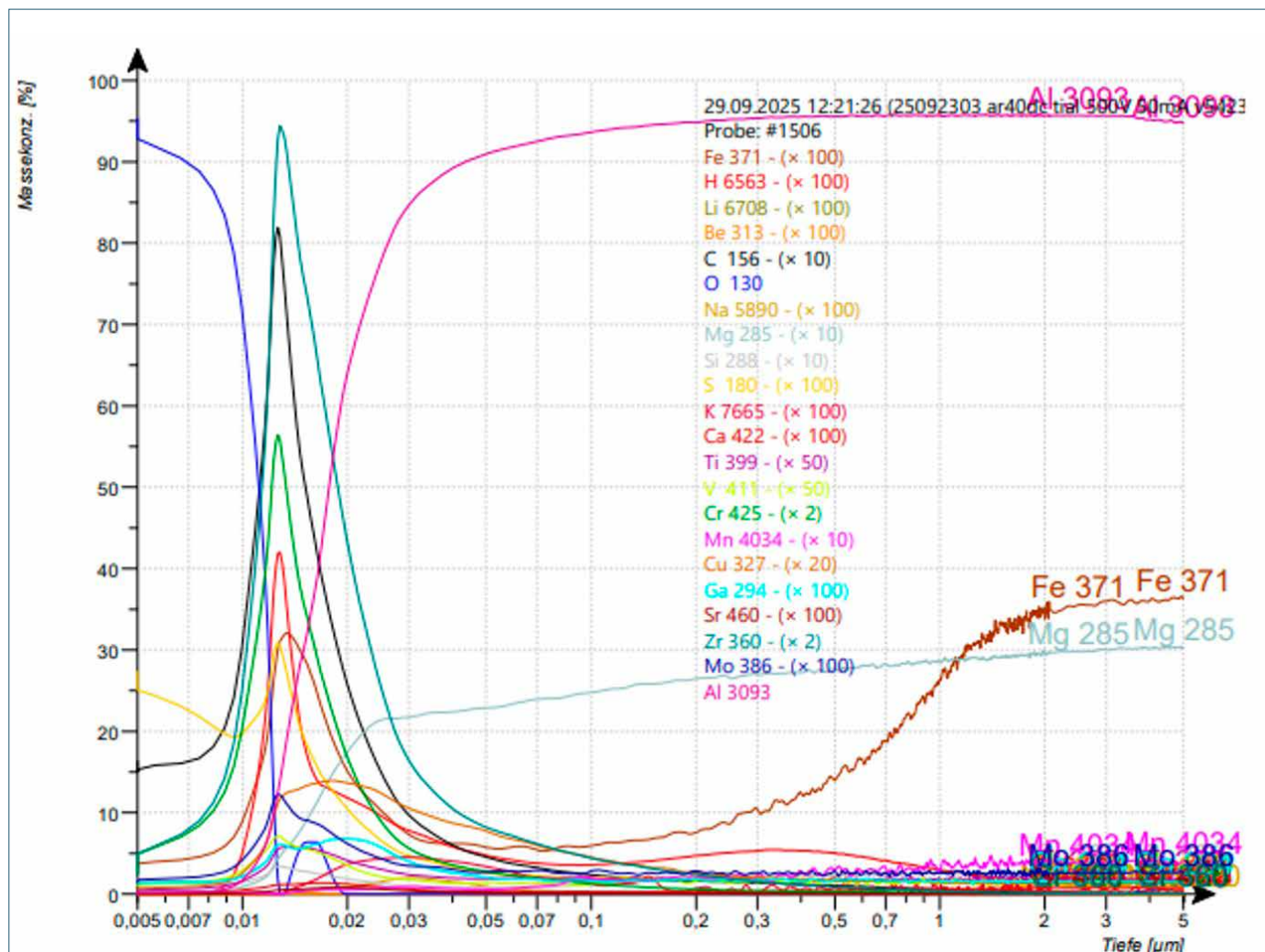


Bild 4: Probe 1 (Seite 1), GDOES-Tiefenprofil, 2. Messung (logarithmisch skaliert).