Préparation métallographique des revêtements de zinc

Struers
Ensuring Certainty

Application Notes

Le revêtement de l'acier ou du fer avec du zinc à l'aide de différents processus est connu sous le nom de »galvanisation«. Le zinc métallique sert pour la protection contre la corrosion des fontes, aciers doux et aciers faiblement alliés. Le zinc ou alliage de zinc protège cathodi-quement la surface d'acier. Dans les revêtements de zinc sur les parties exposées à l'air et à l'eau, le zinc forme du carbonate de zinc qui en plus protège contre toute corrosion additionnelle. Les produits revêtus sont principalement utilisés pour les applications automobiles exposées, les articles ménagers, les appareils électriques et l'industrie de la construction. Pour augmenter la protection contre la corrosion ou pour l'élément décorateur des feuilles d'acier galvanisées, des revêtements organiques tels que les feuilles ou la peinture peuvent être appliqués sur le revêtement de zinc.

Bien que le contrôle général de la production de l'acier pour feuilles galvanisées se déroule à la chaîne et par tests physiques, la métallographie représente un outil important pour obtenir une variété d'informations non obtenables par d'autres méthodes d'analyse. Une compréhension du façonnage, de la soudure et des processus de finition des produits, la recherche et le développement

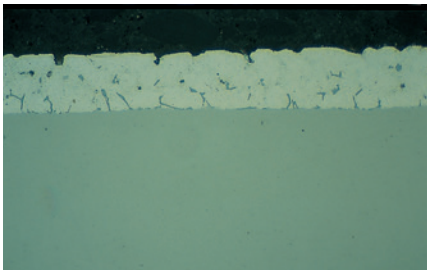
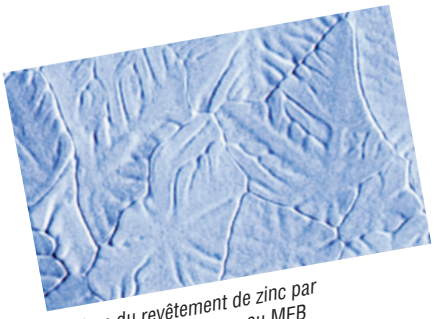


Fig.1: Galvalume, attaqué au Nital 1%, 500 x

Fig. 2: façade de construction colorée d'une feuille d'acier galvanisé

des produits ainsi que l'analyse des défauts nécessitent des informations ne pouvant être prodiguées que par l'analyse microstructurelle métallographique.

Exemples pratiques: si un revête-ment de zinc est trop épais, des problèmes pourront surgir lors de la soudure, si lors du façonnage, le revêtement est irrité, la peinture et par conséquence la protection contre la corrosion peuvent en souffrir. La métallographie joue donc

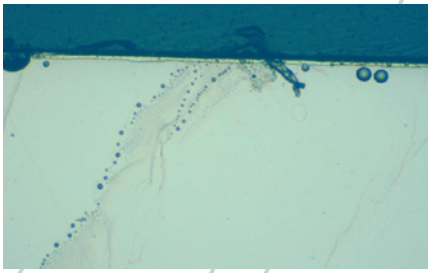


Surface du revêtement de zinc par immersion à chaud, vue au MEB

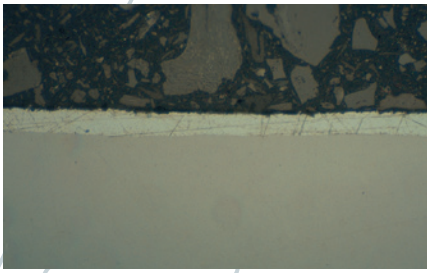
un rôle dans l'amélioration des produits et aide à faire avancer la technologie des revêtements.

La métallographie des produits galvanisés comprend les mesures de l'épaisseur des revêtements, l'analyse de la microstructure des revêtements et du métal de base, les vérifications d'adhésion et l'analyse des défauts. Selon la méthode de galvanisation, les revêtements de zinc varient en matière de dureté et d'épaisseur et se comportent donc différemment lors de la préparation métallographique. De plus, certains revêtements de zinc réagissent à l'eau, rendant la préparation particulièrement difficile.

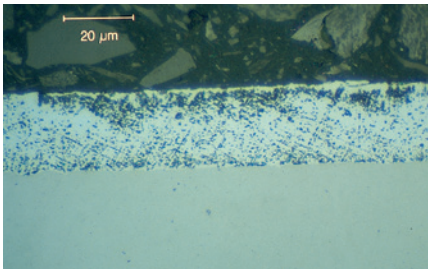
Difficultés lors de la préparation métallographique



Enrobage: *Des fentes dues au retrait entre l'échantillon et la résine créent des taches d'eau et d'alcool, des bords arrondis et des débris de prépolissage incrustés. 200 x*



Mollesse des revêtements: *Rayures provenant du prépolissage et du polissage. 500 x*



Réaction à l'eau: *Décoloration et attaque du zinc. 1000 x*

Solution: enrobage correct, prépolissage fin au diamant sur disques rigides, à l'aide de suspensions et lubrifiants exempts d'eau pour le polissage, et un nettoyage correct.

Production et applications des revêtements de zinc

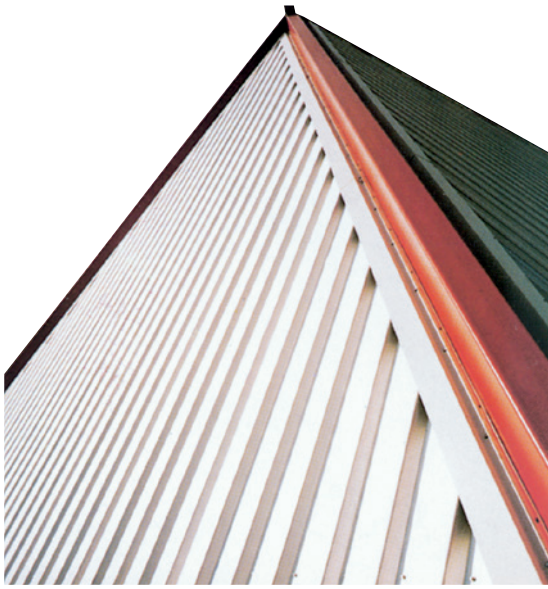
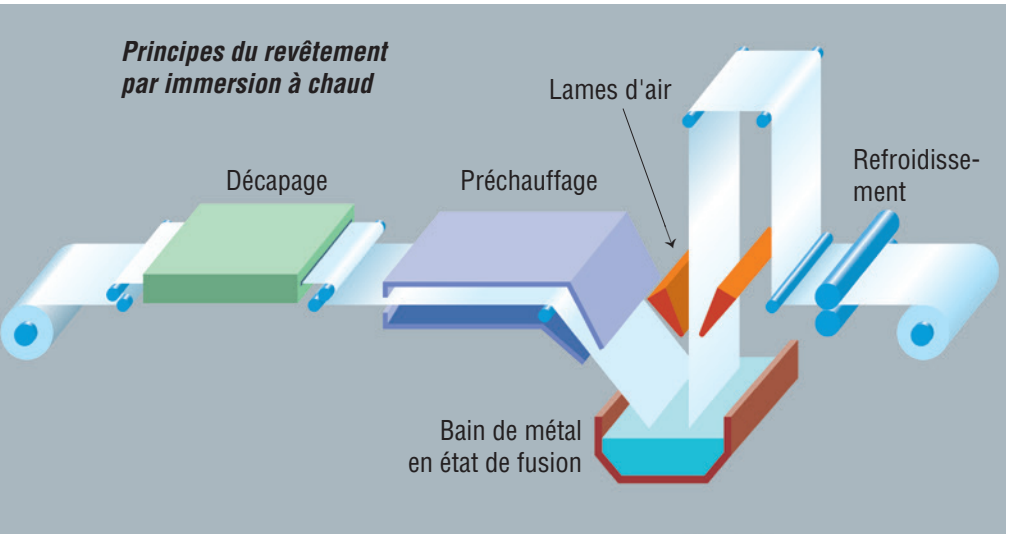


Fig. 4: Façade de feuille Galvalume avec revêtement organique



Immersion à chaud
La feuille d'acier est passée par un bain de zinc fondu en un processus continu, durant lequel le nettoyage, la température, l'épaisseur du revêtement etc. sont automatiquement contrôlés. Le revêtement contient plus de 99% de zinc et a généralement une épaisseur entre 7 et 15 µm, mais peut varier selon les spécifications.
Application: tout d'abord pour les applications automobiles, la construction et les articles ménagers, telles que les lave-linges.

Recuit après galvanisation
Après l'immersion à chaud, la feuille revêtue peut être traitée thermiquement, changeant le revêtement de zinc en un revêtement de zinc-fer, contenant environ 10% de fer. Le revêtement est plus robuste, a une résistance à l'usure et une soudabilité qui sont plus élevées qu'avec le revêtement par immersion à chaud seulement. Sur sa surface rugueuse, la peinture adhère tout particulièrement bien, ce qui garantit une protection supplémentaire contre la corrosion lorsque peint.
Application: les composants automobiles préalablement pressés qui sont revêtus par revêtements organiques, panneaux de corps externes et internes.

Galvalume™ 1)
Ceci est un revêtement par immersion à chaud provenant d'un bain contenant 55% d'aluminium, 43,4% de zinc et 1,6% de silicone. Ce revêtement montre une bonne résistance à l'oxydation par chaleur.
Application: construction, principalement les recouvrements de façade, également les composants automobiles.

Galfan™ 2)
Ceci est un revêtement par immersion à chaud provenant d'un bain contenant 5% d'aluminium et des traces de terres rares.
Le revêtement Galfan possède une structure eutectique fine (voir Fig. 10), bien adaptée pour la flexion, l'étirage profond et la soudure, et a une excellente résistance à la corrosion après la peinture. Application: construction, l'industrie des appareils automobiles et ménagers.

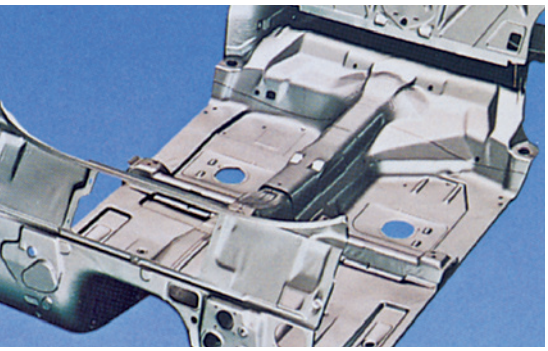


Fig. 3: Panneau de sol pressé

1) 2) Galvalume™ et Galfan™ sont des méthodes de galvanisation dont le nom est breveté. Galvalume™ au Canada est la marque déposée de Dofasco Inc et aux USA, Galvalume™ est la marque déposée de BIEC INC. Galfan™ est la marque déposée de l'organisation de la recherche sur le plomb et le zinc internationale "International Lead and Zinc Research Organization" aux USA.

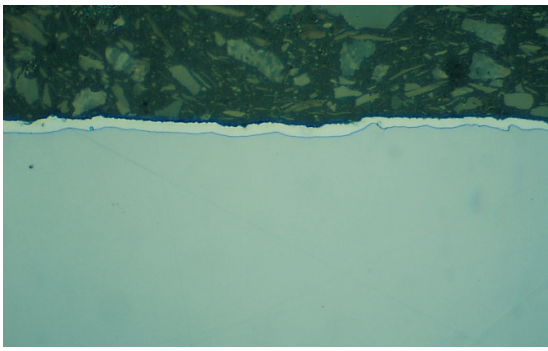


Fig. 5: Revêtement de zinc déposé électrolytiquement, poli à 1 µm et nettoyage/polissage final à l'alcool pur, 1000 x

Difficultés de préparation des revêtements de zinc

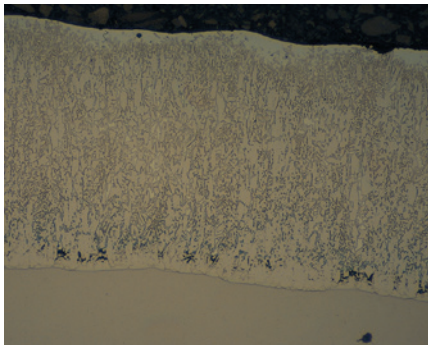


Fig. 6: Revêtement de zinc de post-fabrication, attaqué au Nital 0,5%, avec phase γ à la limite de la base métallique et grandes colonnes δ dans la matrice de zinc, 200 x

Electrogalvanisation
Ce revêtement de zinc est déposé électrolytiquement sur la feuille d'acier et produit une couche très mince et uniforme de zinc pur. L'épaisseur du revêtement se trouve entre 2 et 6 µm, et est tout particulièrement adapté à la peinture subséquente. Une application typique est la carrosserie des voitures. L'épaisseur des revêtements de zinc des produits galvanisés en continu est habituellement spécifiée en poids, g/m² ou oz/ft2 et peut se répartir entre 6 µm et au-delà de 20 µm selon l'application du produit final.

Pour la post fabrication, la galvanisation par immersion à chaud des pièces finies, telles que les pièces de construction en fonte, le produit fini est immergé dans le bain de zinc fondu. Ces revêtements sont bien plus épais que les revêtements galvanisés en continu (Fig. 6).

Les problèmes majeurs de préparation des revêtements de zinc pour l'examen microscopique sont:

1. *Fentes dues au retrait entre la résine d'enrobage et les feuilles d'acier revêtues. Ces fentes rendent difficiles le nettoyage des échantillons, en particulier sur les paquets de feuilles serrées.*

Enrober des revêtements de zinc constitue un problème majeur, car l'enrobage doit garantir que la résine adhère correctement au matériau échantillon, afin qu'aucune fente n'apparaisse. Si les revêtements de zinc sont préparés pour le contrôle de la production, un conflit apparaît entre le nombre d'échantillons et le temps disponible, donc le fait de faire des compromis est habituel en matière d'enrobage. Ceci résulte habituellement en une méthode d'enrobage produisant des fentes dues au retrait à proximité du revêtement de zinc, ce qui rend difficile le nettoyage des échantillons et l'obtention d'une netteté des bords optimale. Les taches dues à l'eau et l'alcool qui en résultent empêchent une mesure correcte de l'épaisseur et une interprétation correcte sur le revêtement.

2. *La mollesse du zinc et sa réaction à l'eau peuvent laisser les revêtements avec des rayures, décolorés ou même attaqués.*

Plus le zinc du revêtement est pur, plus il sera tendre et sensible à l'eau. Donc, les revêtements déposés par immersion à chaud et élec-trolytiquement sont tendres et ont tendance à la déformation mécanique et ils ne peuvent pas être nettoyés à l'eau (Fig. 7 et 8). Pour le nettoyage, utiliser de l'éthanol ou de l'isopropanol. En raison de l'addition d'aluminium, respectivement traitement thermique, les revêtements Galfan™, Galvalume™ et recuits par galvanisation sont plus durs que les revêtements déposés par simple immersion à chaud et électrolytique-ment. En général, ils créent moins de problèmes durant le polissage et leur réaction à l'eau est moins vive.

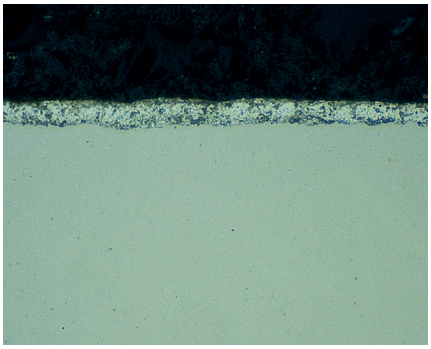


Fig. 7: Revêtement par immersion à chaud, nettoyé à l'eau, 500 x

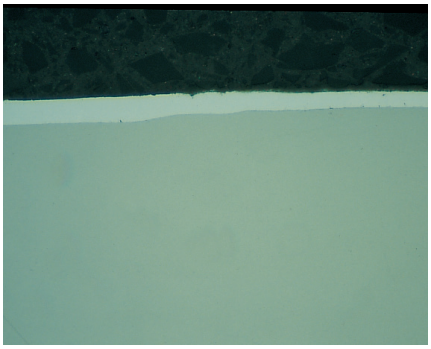


Fig. 8: Revêtement par immersion à chaud, nettoyé à l'alcool, 500 x

Recommandations pour la préparation des revêtements de zinc

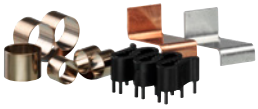
Le tronçonnage d'une feuille d'acier n'est pas difficile et peut se faire avec des meules abrasives en oxyde d'aluminium appropriées. Parfois, les feuilles sont tronçonnées à l'aide d'une guillotine ou d'une cisaille, ce qui peut être suffisant pour les feuilles très minces, mais peut faire plier sévèrement la feuille et fissurer le revêtement lorsque celle-ci est plus épaisse. Un temps de prépolissage subséquent plus long jusqu'à la zone non-endommagée de la feuille est nécessaire. Un tronçonnage à l'aide d'une meule abrasive

représente la solution alternative la plus économique dans ces cas-là.

L'enrobage

Le problème susmentionné de retrait entre la résine d'enrobage et l'échantillon revêtu peut être évité en dégraissant l'échantillon à l'acétone avant l'enrobage et en employant des résines d'enrobage correctes. L'époxy d'enrobage à froid à durcissement lent, n'a qu'un retrait minimum et adhère parfaitement à l'échantillon. L'enrobage à chaud avec une résine phénolique contenant des fibres de carbone (PolyFast) est grandement recommandé, car il ne laisse pas de fentes entre la résine et le revêtement, et la résine a la bonne dureté permettant de garder les échantillons plats.

Pour ces deux méthodes d'enrobage, des feuilles échantillons individuelles sont maintenues à la verticale à l'aide de clips en plastique. Vu que ces clips ne peuvent maintenir que quelques feuilles, ces méthodes sont trop lentes pour les laboratoires de contrôle qualité de production élevée. Dans ces laboratoires, la méthode la plus utilisée pour maintenir les feuilles d'acier revêtues est le serrage de celles-ci en paquets: les pièces tronçonnées sont mises en paquets et tenues ensemble à l'aide d'une pince d'acier.



Cette méthode permet de tenir de grandes quantités de feuilles, cependant cela n'élimine pas le problème des fentes entre les feuilles. Les pinces sont difficiles à nettoyer et à sécher, car les vis et les pièces qu'elles contiennent, et l'interprétation de la structure ainsi que les mesures de l'épaisseur sont obstruées par l'alcool s'écoulant de la fente. Coller les feuilles ensemble avec de la colle instantanée, puis enrober à chaud dans PolyFast les paquets obtenus, élimine les fentes et a l'avantage d'offrir un échantillon propre et correctement enrobé (voir Fig. 9.)

Méthode de préparation

Prépolissage

Etape		PG	FG 1
Support		Papier SiC, #320	MD-Largo
Abrasive	Type	SiC	Diamond
	Taille	#320	9 µm
Lubrifiant		Eau	
T/M		300	150
Force (N)		30 par échantillon	30 par échantillon
Temps		A besoin	4 min.

Polissage

Etape		DP 1	DP 2	OP
Support		MD-Dac	MD-Dur	OP-Chem
Abrasive	Type	Diamond	Diamond	
	Taille	3 µm	1 µm	
Lubrifiant		DP-Jaune	DP-Jaune	Ethanol*
T/M		150	150	150
Force (N)		25 par échantillon	20 par échantillon	15 par échantillon
Temps		4-6 min.	4-6 min.	15-20 sec.
Commentaires		**Ethanol dénaturé avec de l'alcool isopropylique*		

Prépolissage et polissage

Les feuilles d'acier galvanisées ont, traditionnellement, été prépolies avec différentes granulométries de papier de carbure de silicium, suivi par un polissage de deux ou trois étapes de polissage diamanté. Le remplacement du prépolissage fin sur papier SiC par un disque spécial de prépolissage fin (MD-Largo), sur lequel du spray diamanté ou de la suspension est appliqué, permet maintenant de raccourcir cette procédure. MD-Largo garantit une excellente netteté des bords, ce qui est particulièrement important lors de l'observation des revêtements à 1000 x. Pour le polissage subséquent, deux étapes de polissage diamanté à 3 et 1 µm sont suffisantes. Grâce à cette méthode, les étapes de prépolissage et de polissage ont été réduites de six à quatre. Bien que les différents revêtements de zinc varient en matière de dureté, il est possible de les prépolir et de les polir automatiquement avec la même méthode de préparation. Lorsque l'on utilise un équipement de prépolissage/polissage sans utiliser de système de dosage automatique, le spray diamanté donne d'excellents résultats, car il ne

contient pas d'eau. Pour les systèmes de dosage automatique, des suspensions diamantées et lubrifiants exempts d'eau sont nécessaires afin d'éviter de tacher les revêtements. Les draps en soie gardent les échantillons plats, mais toutefois pas complètement sans rayures. Un polissage sur draps doux avec des poils devra être évité, car cela pourrait créer un certain relief.

L'emploi d'un équipement de prépolissage/polissage automatique avec dosage automatique, tel que RotoSystem, comporte l'avantage de donner des résultats fiables, très bons et reproductibles. La méthode de préparation montrée à la page précédente, pour les échantillons individuels enrobés de 30 mm et/ou les échantillons multiples dans des porte-échantillons, a été utilisée avec succès pour le zinc galvanisé et revêtu électrolytiquement.

Nettoyage
Le zinc réagit à l'eau, ce qui rend le nettoyage des échantillons difficiles. Lors du prépolissage, l'effet de la réaction à l'eau est négligeable, mais entre les étapes de polissage diamanté, l'essuyage et le rinçage à l'éthanol dénaturé avec de l'alcool isopropyl est recommandé, suivi par un séchage à l'air comprimé propre.
Pour le nettoyage final, un polissage très bref à l'éthanol dénaturé avec de l'alcool isopropylique sur un drap de polissage MD-Chem, suivi par un rinçage et un séchage, a donné les meilleurs résultats. Si un système de dosage automatique est utilisé, une dose considérable de lubrifiant exempt d'eau peut être programmé pour suivre les dernières secondes de polissage. Ceci va faciliter le nettoyage subséquent.

Attaque et interprétation
Le réactif d'attaque le plus commun pour les revêtements de zinc est un acide nitrique à 0,5%-2% d'alcool. Les temps d'attaque sont très brefs (secondes!) et une sur-attaque peut très facilement survenir, et chaque revêtement réagira différemment.

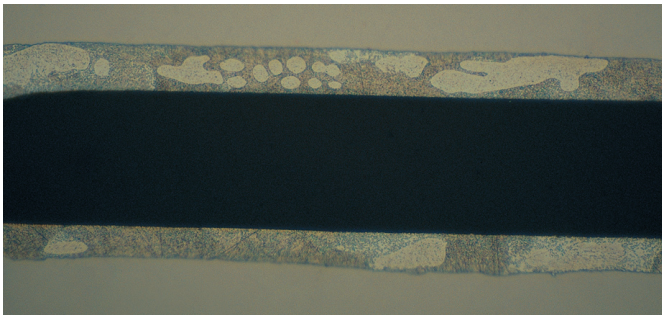


Fig. 9: Revêtement Galfan, attaqué au Nital 0,5%. Structure dendritique primaire, 500 x

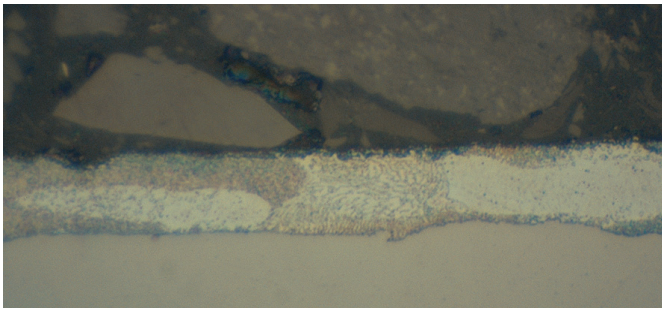


Fig.10: Même revêtement que la Fig. 9, le grossissement plus élevé montre la structure eutectique lamellaire, 1000 x

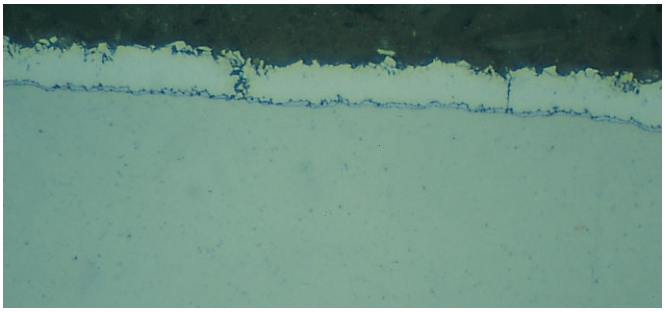


Fig.11: Revêtement recuit après galvanisation attaqué au Nital 1%, 1000 x

Fig. 9 montre un revêtement Galfan attaqué au Nital 0,5%. L'on discerne une structure dentritique primaire.

Fig.10, revêtement Galfan comme fig. 9, montrant une solution solide riche α en zinc et une structure eutectique lamellaire, consistant en α et la phase, β riche en aluminium.

Fig.11 montre un échantillon recuit après galvanisation, attaqué au Nital 1%. Une petite couche de diffusion, riche en fer γ est discernée entre la base d'acier le revêtement de zinc. La structure du revêtement est zinc-fer avec des concentrations variées selon la distance par rapport à la base métallique. Une partie de cette structure peut être dévoilée à l'aide d'un réactif d'attaque plus sophistiqué contenant de l'acide picrique et nitrique.
(Pour des détails concernant ce réactif d'attaque, se reporter au e-Metalog de Struers).

Résumé
Pour rendre la préparation des revêtements de zinc plus facile et plus reproductible, et pour améliorer les images pour l'interprétation de la structure, les recommandations suivantes sont à suivre pour ce qui est du prépolissage et du polissage:

- *En dépit de leur dureté variable, tous les groupes de revêtements de zinc peuvent être automatiquement préparés en suivant la même méthode.*
- *Le facteur principal garantissant un polissage réussi est un bon enrobage sans fente due au retrait entre la résine et l'échantillon.*
- *Un prépolissage fin sur disque diamanté rigide donne une excellente planéité.*
- *Les suspensions diamantées et lubrifiants exempts d'eau empêchent les auréoles sur les revêtements de zinc.*
- *Les draps en soie maintiennent les revêtements plats durant le polissage.*
- *Toutes les étapes de nettoyage au cours du polissage doivent être accomplies à l'éthanol dénaturé avec de l'alcool isopropylique.*

La méthode de préparation donnée peut être utilisée comme base afin d'individualiser encore davantage la procédure de prépolissage et de polissage dans les différents laboratoires, selon la variété des revêtements à polir.

Notes d'application

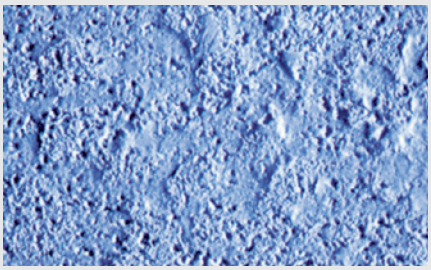
Préparation métallographique des revêtements de zinc

Elisabeth Weidmann,
Struers A/S, Copenhague

Remerciements:
Nous aimerions remercier DOFASCO Inc., et STELCO Inc., Hamilton, Canada, Fa. Julius Blum GmbH, Höchst, Autriche, Rautaruukki Steel, Hämeenlinna, Finlande, pour nous avoir généreusement offert du matériau échantillon et les informations s'y rapportant, ainsi que Zinkberatung Ingenieurdienste GmbH, Düsseldorf, Allemagne, pour leur contribution avec des informations générales sur les revêtements de zinc.
Nous remercions Stahl-Informations-Zentrum, Düsseldorf, Allemagne pour nous avons donné la permission de reproduire les images suivantes: lave-linge et Fig. 4 de Charakteristische Merk-male 095 et Fig. 3 de Dokumentation 535.
Nous remercions Rautaruukki Steel, Hämeenlinna, Finlande pour nous avoir permis de reproduire les images suivantes: Fig. 2 et moissonneuse-batteuse, et les images MEB à la première et dernière page.

Bibliography:

Charakeristische Merkmale 092 "Schmelztauchveredeltes Band und Blech", 1998
Charakteristische Merkmale 095 "Elektrolytisch verzinktes Band und Blech"
Dokumentation 535 "Weiterverarbeitung von verzinktem und beschichtetem Stahlblech", 1997
Source: Stahl-Informations-Zentrum, Düsseldorf, Allemagne



Surface de revêtement recuit après galvanisation

Struers
Ensuring Certainty

Struers ApS
Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
Phone +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

AUSTRALIA & NEW ZEALAND
Struers Australia
27 Mayneview Street
Milton QLD 4064
Australia
Tel.: +61 7 3512 9600
Fax: +61 7 3369 8200
info.au@struers.dk

BELGIUM (Wallonie)
Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F- 94507 Champigny
sur Marne Cedex
Tel.: +33 1 5509 1430
Fax: +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

BELGIUM (Flanders)
Struers GmbH Nederland
Zomerdijk 34 A
3143 CT Maassluis
Tel.: +31 (10) 599 7209
Fax: +31 (10) 5997201
netherlands@struers.de

CANADA
Struers Ltd.
7275 West Credit Avenue
Mississauga, Ontario L5N 5M9
Tel.: +1 905-814-8855
Fax: +1 905-814-1440
info@struers.com

CHINA
Struers Ltd.
No. 1696 Zhang Heng Road
Zhang Jiang Hi-Tech Park
Shanghai 201203, P.R. China
Tel.: +86 (21) 6035 3900
Fax: +86 (21) 6035 3999
struers@struers.cn

CZECH REPUBLIC & SLOVAKIA
Struers GmbH Organizační složka
vědeckotechnický park
Přílepská 1920,
CZ-252 63 Roztoky u Prahy
Tel.: +420 233 312 625
Fax: +420 233 312 640
czechrepublic@struers.de
slovakia@struers.de

GERMANY
Struers GmbH
Carl-Friedrich-Benz-Straße 5
D- 47877 Willich
Tel.: +49 (0) 2154 486-0
Fax: +49 (0) 2154 486-222
infoservice@struers.de

FRANCE
Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F-94507 Champigny
sur Marne Cedex
Tel.: +33 1 5509 1430
Fax: +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

HUNGARY
Struers GmbH
Magyarországi Fióktelep
2040 Budaörs
Szabadság utca 117
Phone +36 (23) 80 60 90
Fax +36 (23) 80 90 91
hungary@struers.de

IRELAND
Struers Ltd.
Unit 11 Evolution@ AMP
Whittle Way, Catcliffe
Rotherham S60 5BL
Tel.: +44 0845 604 6664
Fax: +44 0845 604 6651
info@struers.co.uk

ITALY
Struers Italia
Via Monte Grappa 80/4
20020 Arese (MI)
Tel.: +39-02/38236281
Fax: +39-02/38236274
struers.it@struers.it

JAPAN
Struers K.K
Takanawa Muse Bldg. 1F
3-14-13 Higashi-Gotanda,
Shinagawa
Tokyo
141-0022 Japan
Tel.: +81 3 5488 6207
Fax: +81 3 5488 6237
struers@struers.co.jp

NETHERLANDS
Struers GmbH Nederland
Zomerdijk 34 A
3143 CT Maassluis
Tel.: +31 (10) 599 7209
Fax: +31 (10) 5997201
netherlands@struers.de

NORWAY
Struers ApS, Norge
Sjøskogenveien 44C
1407 Vinterbro
Tel.: +47 970 94 285
info@struers.no

AUSTRIA
Struers GmbH
Zweigniederlassung Österreich
Betriebsgebiet Puch Nord 7
5412 Puch
Tel.: +43 6245 70567
austria@struers.de

POLAND
Struers Sp. z o.o.
Oddział w Polsce
ul. Jasnogórska 44
31-358 Kraków
Tel.: +48 12 661 20 60
Fax: +48 12 626 01 46
poland@struers.de

ROMANIA
Struers GmbH, Sucursala Bucuresti
Str. Preciziei nr. 6R
062203 sector 6, Bucuresti
Tel.: +40 (31) 101 9548
Fax: +40 (31) 101 9549
romania@struers.de

SWITZERLAND
Struers GmbH
Zweigniederlassung Schweiz
Weissenbrunnenstraße 41
CH-8903 Birmensdorf
Tel.: +41 44 777 63 07
Fax: +41 44 777 63 09
switzerland@struers.de

SINGAPORE
Struers Singapore
627A Aljunied Road,
#07-08 BizTech Centre
Singapore 389842
Tel.: +65 6299 2268
Fax: +65 6299 2661
struers.sg@struers.dk

SPAIN
Struers España
Camino Cerro de los Gamos 1
Building 1 - Pozuelo de Alarcón
CP 28224 Madrid
Tel.: +34 917 901 204
Fax: +34 917 901 112
struers.es@struers.es

FINLAND
Struers ApS Suomi
Sahaajankatu 20-22 A6
00880 Helsinki
Tel.: +358 (0)207 919 430
finland@struers.fi

SWEDEN
Struers Sverige
Box 20038
161 02 Bromma
Tel.: +46 (0)8 447 53 90
Fax: +46 (0)8 447 53 99
info@struers.se

UNITED KINGDOM
Struers Ltd.
Unit 11 Evolution @ AMP
Whittle Way, Catcliffe
Rotherham S60 5BL
Tel.: +44 0845 604 6664
Fax: +44 0845 604 6651
info@struers.co.uk

USA
Struers Inc.
24766 Detroit Road
Westlake, OH 44145-1598
Tel.: +1 440 871 0071
Fax: +1 440 871 8188
info@struers.com

23.01.2020 / 62340102