

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4588

Première édition
1989-11-15

**Adhésifs — Préparation des surfaces métalliques
pour le collage par adhésif**

Adhesives — Preparation of metal surfaces for adhesive bonding



Numéro de référence
ISO 4588 : 1989 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4588 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Les annexes A à D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Adhésifs — Préparation des surfaces métalliques pour le collage par adhésif

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les modes opératoires habituels pour la préparation en laboratoire des surfaces métalliques destinées au collage et à l'essai des adhésifs. Les traitements préalables au collage sont donnés pour les matériaux suivants :

- a) aluminium et alliages d'aluminium;
- b) acier inoxydable;
- c) acier au carbone;
- d) cuivre et alliages de cuivre.

Les traitements mécaniques, tels que le sablage, sont largement utilisés, mais il est impossible de présenter une méthode chimique applicable à tous les métaux. C'est pourquoi plusieurs méthodes sont présentées de façon que les utilisateurs aient un plus grand choix pour sélectionner un traitement approprié à un métal particulier.

Les traitements de surface décrits comprennent des méthodes diverses de nettoyage et dégraissage par solvant, l'abrasion mécanique et l'attaque chimique. Lorsqu'ils sont employés en commun, il y a lieu d'appliquer ces traitements normalement dans l'ordre suivant : nettoyage aux solvants pour éliminer les salissures grasses, puis l'abrasion mécanique et finalement l'attaque chimique pour obtenir l'état de surface optimal en vue du collage. D'autres séquences d'opérations peuvent être employées.

AVERTISSEMENT — Ces procédés ne détaillent pas nécessairement toutes les précautions nécessaires pour préserver la santé et respecter les règles de sécurité dans un pays particulier. Du fait de la nature dangereuse de certains des produits chimiques utilisés, il y a lieu d'observer la législation locale pour satisfaire à la sécurité de manipulation de ces matériaux et aux conditions de leur rejet.

2 Manipulation et stockage

2.1 Manipulation

Pendant et après le traitement et avant le collage, toutes les parties doivent être manipulées le moins possible, en évitant de travailler à mains nues. Employer des tissus propres pour la protection de la main qui ne contamineront pas la surface, tels que gants en coton non pelucheux ou en nylon.

2.2 Conditions de stockage

Les surfaces préparées doivent être stockées à $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $50\% \pm 5\%$ d'humidité relative, sauf pour les métaux tels que l'acier au carbone qui ne peuvent pas supporter ces conditions sans une oxydation préjudiciable. Si nécessaire, l'air doit être filtré pour le débarrasser de la poussière.

Le temps écoulé et les conditions de stockage entre la préparation de surface et l'application d'un adhésif primaire ou d'un adhésif sont critiques. Pour des surfaces sensibles, le temps de stockage ne doit pas dépasser 8 h et les pièces doivent être couvertes, ou enveloppées de papier kraft ou tout autre matériau adapté. Si possible, les surfaces préparées doivent être stockées dans un récipient conditionné sans contact avec la surface.

3 Préparation initiale

3.1 Règles de propreté

Éviter les opérations contaminantes dans la zone de travail. La peinture ou d'autres opérations de pistelage, les procédés faisant appel à des produits pulvérulents, la vapeur d'huiles de pompes et d'autres machines, la pulvérisation d'agent de démoulage, etc., sont particulièrement néfastes.

3.2 Nettoyage préliminaire

Enlever les marques à l'encre ou les cachets d'identification des métaux en essuyant avec un tissu imprégné de solvant approprié tel que l'acétone, la méthyléthylcétone (butanone-2), un mélange hydrocarboné, le trichloro-1,1,1 éthane, etc.

3.3 Dégraissage aux solvants organiques

3.3.1 Lorsque le dispositif de dégraissage à la vapeur est disponible, c'est la méthode de traitement à préférer; la solution doit être un solvant chloré stabilisé ou un produit similaire. Le pH ou la teneur en acide de la solution de dégraissage en phase vapeur, ou les deux, doivent être déterminés.

3.3.2 Si un dégraissage à la vapeur n'est pas possible, utiliser des solvants appropriés tels que le trichloro-1,1,1 éthane ou d'autres solvants convenables. Les supports doivent être à température ambiante. Verser le solvant sur un linge propre non pelucheux, essuyer vigoureusement les supports, changer la position du linge fréquemment et essuyer la surface avec un linge propre non pelucheux. Répéter l'opération si nécessaire. Changer de linge après chaque éprouvette.

3.3.3 En dernier ressort, le dégraissage peut être effectué par immersion des supports dans un solvant approprié et séchage comme indiqué en 3.3.2. Renouveler fréquemment le bain de solvant d'immersion car il se contamine très facilement.

Les méthodes de 3.3.2 et 3.3.3 sont applicables pour des petites pièces ou des éprouvettes.

3.4 Dégraissage alcalin

Cette méthode est destinée en premier lieu au dégraissage final avant décapage. L'agent de dégraissage alcalin ne doit pas contenir d'hydroxyde de sodium ou autre base forte, mais on peut incorporer des silicates ou des carbonates car ils ont l'avantage de rendre la surface insensible à la corrosion. Une solution de métasilicate de sodium à 25 % (*m/m*) peut également être utilisée.

3.5 Dégraissage au phosphate

Ce traitement peut être utilisé s'il est approprié.

3.6 Dégraissage avec ultrasons

Ce traitement peut être utilisé s'il est approprié.

4 Abrasion mécanique

L'abrasion mécanique peut être utilisée comme unique traitement de surface ou avant une attaque chimique pour éliminer les oxydes et rendre la surface rugueuse. L'abrasion peut ne pas convenir pour les pièces qui nécessitent la stabilité de l'environnement pendant l'opération.

4.1 Traitement préliminaire

Dégraisser la surface en utilisant l'un des modes opératoires de 3.2 ou 3.3 pour enlever les contaminations huileuses grasses.

4.2 Méthode 1 — Sablage à sec

4.2.1 Sabler à sec avec un abrasif approprié tel que de l'alumine propre et sèche à grains anguleux, du carbure de silicium, du sable ou des abrasifs similaires d'une granulométrie de 106 µm à 45 µm. Ne pas utiliser de grains d'acier ou d'abrasif contaminé par de l'acier pour le sablage de l'aluminium, du cuivre et de l'acier inoxydable. La surface sablée doit être visuellement uniforme. Mesurer la rugosité de surface; la méthode de mesurage et les résultats d'essai doivent être mentionnés dans le rapport d'essai.

4.2.2 Souffler les substrats avec de l'air filtré ou de l'azote propre et sec pour éliminer les particules de matière.

4.3 Méthode 2 — Soufflage humide

Projeter d'eau et de vapeur avec des particules de sable en suspension de granulométrie 1 000 ou plus petite. L'angle de projection doit être de 90°.

NOTE — Le soufflage humide peut être très efficace et ne gauchit pas les pièces si on le fait correctement; il est recommandé pour les petites pièces uniquement.

L'équipement de soufflage humide contient généralement des modificateurs de flux et des additifs pour la résistance à la corrosion. Rincer minutieusement à l'eau les pièces soumises au soufflage humide et les nettoyer au solvant, ou les dégraisser à la vapeur, avant le séchage et le collage.

4.4 Méthode 3 — Abrasion manuelle

4.4.1 Poncer la surface à coller avec un papier abrasif ou un tissu abrasif à l'alumine, au carbure de silicium, à l'émeri ou à un autre matériau convenable, d'une granulométrie de 106 µm à 45 µm. Cette abrasion peut être conduite humide ou à sec.

Utiliser l'ordre d'opérations d'abrasion suivant :

- a) bien droit en travers de la pièce dans une direction parallèle à l'un des côtés;
- b) perpendiculairement à la première direction jusqu'à ce que toutes les traces du premier polissage aient été effacées;
- c) mouvement circulaire d'un diamètre d'environ 80 mm à 100 mm, jusqu'à ce qu'un dessin consistant seulement en traces de polissage circulaire superposées les unes aux autres et que la surface apparaissent visuellement uniformes.

4.4.2 Souffler les pièces avec de l'air filtré ou de l'azote propre et sec ou les brosser avec une brosse propre et sèche pour éliminer les particules de matière.

Si l'abrasion humide est utilisée, essuyer la surface avec un chiffon humecté avec un solvant approprié ou la brosser avec un chiffon propre et sec.

5 Attaque chimique

5.1 Généralités

L'attaque chimique peut être précédée d'une abrasion mécanique (voir article 4) et/ou d'un traitement chimique de désoxydation.

5.2 Appareillage, matériaux et modes opératoires

5.2.1 Récipients

Tous les récipients et équipements doivent résister aux solutions utilisées.

5.2.2 Eau

L'eau utilisée pour préparer les solutions, que ce soit de l'eau distillée ou déminéralisée, ne doit pas avoir plus de 50 mg/kg de particules solides; elle doit avoir un pH compris entre 5,5 et 7,5 et une conductance de moins de 20 μ S.

5.2.3 Contrôle des solutions utilisées

La durée de vie active et efficace des solutions dépend du nombre et de la dimension des pièces traitées. Il faut prendre périodiquement des échantillons des solutions et les analyser pour les matériaux représentatifs de la méthode de traitement particulière, tels que le chrome hexavalent (CrO_3), le fer, les chlorures, l'aluminium, etc. La conformité avec les spécifications doit être établie pour chaque lot et chaque récipient de solution.

Les rapports doivent indiquer la date de préparation, le changement de concentration des solutions avec le temps, et les quantités des contaminants présents.

Les solutions doivent être réalisées avec des produits chimiques de qualité technique et, sauf spécification contraire, avec de l'eau comme spécifié en 5.2.2. À l'exception de l'eau, tous les constituants doivent être pesés avec une précision de $\pm 1\%$.

5.2.4 Rinçage

Le rinçage peut être effectué par projection ou immersion dans un récipient dans lequel circule de l'eau (5.2.2) constamment renouvelée par un système de trop-plein.

Le rinçage doit être suffisamment long et énergique pour assurer la disparition de toute trace de produit chimique, crasses ou autres particules dispersées. Un essuyage mécanique avec un linge ou une brosse propre doit, si possible, être évité. Pour certains procédés, les températures critiques spécifiques doivent être maintenues pour l'eau de rinçage.

Après rinçage, l'essai de rupture du film d'eau est généralement utilisé pour déterminer si la surface du métal est propre. Le métal soumis à l'essai est retiré après immersion complète dans l'eau; si le film d'eau est continu et non pas divisé en gouttelettes au bout de 30 s, la surface peut être considérée comme exempte de contamination.

Si le film d'eau est discontinu, cela indique que le procédé n'a pas été satisfaisant et doit être répété. Le nombre de fois que le

procédé peut être répété dépend de la quantité de métal éliminée par rapport aux tolérances exigées pour la pièce et également du fait qu'il s'agit de métal nu ou revêtu. Généralement, on ne tolère que deux traitements répétés.

NOTE — Une humidification satisfaisante ne donne pas d'information sur la résistance de la liaison de l'adhésif avec le métal traité. Au mieux, c'est une exigence nécessaire, mais pas suffisante pour la spécification de l'obtention d'une haute résistance de la liaison en adhésion.

6 Procédés pour divers matériaux

6.1 Acier inoxydable

6.1.1 Dégraissage aux solvants organiques

Voir 3.3.

6.1.2 Abrasion

Voir article 4.

6.1.3 Attaque chimique

6.1.3.1 Équipement et produits

Pour les modes opératoires généraux, voir 5.1 et 5.2.

6.1.3.2 Compositions d'attaque suggérées

Des traitements chimiques alternatifs pour l'acier inoxydable sont indiqués dans l'annexe A. Ils sont donnés pour montrer le grand nombre de traitements utilisés actuellement et sont destinés à servir de guide.

6.1.4 Déplacement des taches

Les attaques chimiques présentées dans l'annexe A peuvent laisser des taches sur la surface de l'acier. Ces taches peuvent être éliminées par essuyage mécanique avec un chiffon ou une brosse propre ou de préférence par immersion dans une solution contenant, par litre, 300 g d'acide sulfurique et 30 g de dichromate de sodium à une température de 60 °C durant environ 5 min, puis rinçage et séchage.

6.1.5 Stockage

L'acier inoxydable doit être collé après 24 h de séchage. Le stockage dans un dessiccateur aide à préserver la surface.

6.2 Cuivre et alliages de cuivre

6.2.1 Dégraissage aux solvants organiques

Voir 3.3.

6.2.2 Abrasion

Voir article 4.

6.2.3 Attaque chimique

6.2.3.1 Équipement et produits

Pour les modes opératoires généraux, voir 5.1 et 5.2.

6.2.3.2 Compositions d'attaque suggérées

Des traitements chimiques alternatifs pour le cuivre et les alliages de cuivre sont indiqués dans l'annexe B. Ils sont donnés pour montrer le grand nombre de traitements utilisés actuellement et sont destinés à servir de guide.

6.2.4 Stockage

Le cuivre et les alliages de cuivre s'oxydent facilement et doivent être collés dans les 2 h qui suivent le nettoyage. Ils doivent être stockés au sec. Le stockage dans un dessiccateur aide à préserver la surface.

6.3 Acier au carbone

6.3.1 Dégraissage aux solvants organiques

Voir 3.3.

6.3.2 Abrasion

Voir article 4.

6.3.3 Attaque chimique

6.3.3.1 Équipement et produits

Pour les modes opératoires généraux, voir 5.1 et 5.2.

6.3.3.2 Nettoyage initial

Nettoyer la surface conformément à 3.3.

6.3.3.3 Compositions d'attaque suggérées

Un système chimique est indiqué dans l'annexe C. En alternative, la méthode pour l'aluminium de l'annexe D peut être utilisée.

6.3.4 Stockage

Les aciers au carbone s'oxydent facilement et doivent être collés dans l'heure qui suit le nettoyage. Ils doivent être stockés au sec. Le stockage dans un dessiccateur aide à préserver la surface.

6.4 Aluminium et alliages d'aluminium

6.4.1 Dégraissage aux solvants organiques

Voir 3.3.

6.4.2 Abrasion

Voir article 4.

6.4.3 Attaque chimique

6.4.3.1 Équipement et produits

Pour les modes opératoires généraux, voir 5.1 et 5.2.

6.4.3.2 Compositions d'attaque suggérées

Voir annexe D.

Les solutions doivent être écartées lorsque des piqûres sur les pièces apparaissent ou lorsque des matières solides se précipitent lors du refroidissement de la solution à la température ambiante. Ce dernier point peut être attendu lorsque la masse volumique de la solution dépasse 1,36 g/ml.

Annexe A (informative)

Traitements chimiques alternatifs pour l'acier inoxydable

Produit	Parties en masse						
	A	B	C	D	E	F	G
H ₂ SO ₄ (technique) (ρ 1,84 g/ml)	10			200		100	
HCl (ρ 1,2 g/ml)		30	45		200		50
Acide oxalique [(COOH) ₂ ·2H ₂ O]	10						
Na ₂ Cr ₂ O ₇				3,5		30 (solution saturée)	
H ₂ O	80	70	33	3,5			45
HF [35,35 % (m/m)] (ρ 1,15 g/ml)					10		
H ₂ O ₂ [30 % (m/m) à 35 % (m/m)]			16				2
H ₃ PO ₄ (ρ 1,8 g/ml)					30		
Formaldéhyde [solution aqueuse à 40 % (m/m)]			9				10
Température de décapage, °C	60 ± 3	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	74 ± 3	bain d'eau bouillante	63 ± 3	60 à 65
Temps, min	30	15	10 à 30	10 à 20	2	15	10
Liquide de rinçage	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O
Température de rinçage	vapeur	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.
Température maximale de séchage, °C	93	93	93	95	93	93	

Annexe B (informative)

Traitements chimiques alternatifs pour le cuivre¹⁾ et les alliages de cuivre²⁾

Produit	Parties en masse				
	A	B	C	D	E
NaOH	18				
NaClO ₂	8				
Na ₃ PO ₄ ·10H ₂ O	0,4				
H ₂ O	73,6	197 à 200	197		100
FeCl ₃ [solution aqueuse à 42 % (m/m)]		15 à 18	15		7,5
HNO ₃ (ρ 1,42 g/ml)		30 à 32	30	100	15
Température de décapage, °C	90 à 100	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.
Temps, min	10 à 15	1 à 2	2	jusqu'à la brillance	1 à 2
Liquide de rinçage ³⁾	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O	H ₂ O
Température de rinçage					froid et chaud
Température maximale de séchage, °C	60	60	60	60	60

1) Faire précéder les traitements d'un dégraissage avec enlèvement de l'oxyde par abrasion.

2) Un traitement chimique complémentaire pour le cuivre et les alliages de cuivre peut être

Attaque durant 1 min à 3 min entre 18 °C et 20 °C dans une des solutions suivantes :

	Option 1	Option 2
acide sulfurique (technique) (ρ 1,84 g/ml)	4 parties en masse	11 ml
dichromate de potassium (qualité de laboratoire)	1 partie en masse	5 g
eau potable	17 parties en masse	89 ml

3) Après rinçage, vérifier la propreté en utilisant l'essai de rupture du film d'eau.

Annexe C (informative)

Système chimique pour l'acier au carbone¹⁾

Produit	Premier traitement	Second traitement
	Parties en masse	
HNO ₃ concentré (ρ 1,413 g/ml)	70	
HCl concentré (+ acide benzoyl-sulfonique)		100
H ₂ O	30	65
Température	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.
Temps, min	1	1
Liquide de rinçage	H ₂ O	1 % (m/m) NH ₄ OH
Température de rinçage, °C	ambiante 20 °C min.	ambiante 20 °C min.

1) L'éprouvette est soumise au premier traitement, puis rincée mais non séchée avant le second traitement. L'éprouvette doit être séchée finalement entre 55 °C et 70 °C après le second traitement.

Annexe D (informative)

Traitement par attaque chimique pour l'aluminium et les alliages d'aluminium

Produit	Parties en masse
H ₂ SO ₄ concentré (ρ 1,84 g/ml)	26 à 28
Al métal ¹⁾	0,045 à 0,05
Cu métal (comme solution de CuSO ₄)	0,09 à 0,11
K ₂ Cr ₂ O ₇ ou Na ₂ Cr ₂ O ₇ (anhydre)	5 à 7
H ₂ O	66 à 68
Température, °C	65 à 70
Temps, min	20
Liquide de rinçage ²⁾	H ₂ O
Température de rinçage ³⁾ ,	50 °C max.
Température de séchage, °C	50 à 60
Durée maximale de stockage avant utilisation sans primaire	8 h

1) Al doit être dissous dans la solution.

2) L'eau de rinçage utilisée pour le rinçage final doit avoir une conductance ne dépassant pas 20 μ S.

3) Préférentiellement température ambiante, mais elle ne doit pas dépasser 50 °C pour prévenir des effets de scellage à la surface ou la formation de bayerite.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4588:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a8cc712-f7f8-466c-bb9f-e9071494dcc5/iso-4588-1989>