

CRMGroup

Voorstelling

CRMGroup is een onderzoekscentrum waarvan de activiteiten sterk marktge-oriënteerd zijn en dat zich focust op de productie, transformatie, bekleding en eigenschappen van metallische materialen. CRMGroup heeft vestigingen in de buurt van Luik (Sart-Tilman, Ramet) en Gent (Zwijnaarde).

Initieel opgericht om onderzoek en ontwikkeling te promoten in het domein van metallurgische productie, heeft CRMGroup zijn activiteiten ondertussen sterk uitgebreid. Het centrum werkt samen met partners op drie niveaus: wereldleiders in staalproductie, Europese metaalproducenten en toeleveranciers, en KMO netwerken. Elk van deze samenwerkingsniveaus leidde tot de verwerving van bijzondere expertise en de ontwikkeling van specifieke tools, die ter beschikking staan van de bedrijven voor hun eigen ontwikkelingen:

- (1) Samenwerking met wereldleiders in staalproductie leidde tot expertise o.a. in de oppervlakte- en bekledingstechnieken, ontwikkeling van labotools en upscaling met internationale faam.
- (2) Partnerships met metaalproducenten en hun toeleveranciers in België en in Europa zorgden voor de ontwikkeling van specifieke kennis omtrent innovatieve processen en materiaaleigenschappen.
- (3) Samenwerking met KMO-netwerken in België en in Europa leidde tot gezamenlijke ontwikkelingen van processen en/of specifieke producten met ondersteuning aan de hand van talrijke karakterisatietesten.

Beschrijving van de testen/ analyses die ten dienste van derden worden uitgevoerd

De hieronder genoemde technieken zijn gegroepeerd per vraag waarop ze antwoord geven.

1. Testen van/op het metallisch substraat

Wat is de samenstelling van het metallisch substraat?

- Samenstellingsanalyse met vonk-

ontlading: chemische samenstelling op het volledige gamma van koolstofstalen tot de vuurvaste roestvrije stalen; BELAC accreditering voor analyse van laaggelegeerde stalen;

- Samenstellingsanalyse met röntgenstraling: semi-kwantitatieve chemische analyse van massieve monsters, poeders en deklagen;
- Mobiele analysetechnieken: draagbare XRF (X Ray Fluorescence) en OES (Optische Emissie Spectrometrie) toestellen voor analyse van chemische samenstelling op externe locaties (stockage, atelier, ...).

Wat is de toestand van het substraat?

- X-stralen diffractie: bepaling van de interne kristalstructuur, fasenbepaling en metingen van inwendige spanningen;
- Analyse van koolstof op het oppervlak: de vervuiling van het oppervlak door koolstof kan een cruciale parameter zijn voor coatings. De beschikbare techniek laat toe om het organische koolstofgehalte aanwezig op het oppervlak te bepalen;
- Aanwezigheid van waterstof: waterstof is een problematisch element omwille van verbrossing zelfs bij zeer lage gehalten. De beschikbare technieken, via thermische desorptie, laten toe om zeer kleine hoeveelheden waterstof aanwezig binnenin het materiaal te bepalen (ijzer, titaan, ...). Het is ook mogelijk om waterstof in te brengen om het gedrag van de materialen te simuleren.
- Dilatometer: precieze meting van uitzettingscoëfficiënten en fasentransformaties tijdens thermomechanische behandelingen.

Welke zijn de mechanische eigenschappen van het substraat?

- Trekproeven: mechanische eigenschappen van metallische of niet-metallische materialen, testen op verhoogde/verlaagde temperatuur, BELAC accreditering voor proeven bij kamertemperatuur
- Vermoeigstesten: op metallische of niet-metallische substraten, al dan niet bekleed. BELAC accreditering voor de testen op glasvezelcomposieten

- Kruiptesten: materiaaleigenschappen bij hoge temperaturen
- Hardheidsmetingen: Brinell, Rockwell of Vickers hardheid op mas-sieve materialen; BELAC accredite-ring. Andere mogelijke technieken voor het meten van hardheid van coatings.
- Micro en nano hardheidstesten: metingen op meer precieze schaal; bepaling van lokale hardheden of hardheidsprofielen gelinkt aan thermochemische bekledingsbe-handeling; technieken toepasbaar op beklede of onbeklede monsters.
- Vervormingstesten: plooi-, diep-trek- en hole expansion metingen.

Productie van substraten met speci-fieke eigenschappen

- Productie van basismateriaal en speciale legeringen: verscheidene smelt- en gietovens beschikbaar met capaciteit gaande van 1 kg tot 1 ton;
- Vormgeving en processing van (spe-ciale) metaallegeringen: via labo-walstuigen (in continu) en een uitge-breid gamma thermische behande-lingen.

2. Proeven op behandeld eindpro-duct

- Proeven m.b.t. fysische en chemi-sche eigenschappen

Wat is de dikte van de bekle-ding?

- i. Gravimetrische analyse van metallische deklagen op staal: meting van de afzetting in g/ m² voor verschillende types van bekleding: zink, aluminium en hun legeringen, PVD, ..., BELAC accreditering;
- ii. Mobiele metingen: lokale diktemeting van een niet-magnetische coating op een metallisch substraat via Fou-caulstromen (Eddy Current) (bijv. Zn op staal).

Wat is de chemische samen-stelling van een bekleding?

- i. Chemische analyse van deklagen via ICP (inductief gekop-peld plasma): chemische ana-lyse op elementniveau van in

oplossing gebrachte coatings aan de hand van ICP, zeer precieze methode;

- ii. Samenstellingsanalyse laag per laag: elementanalyse via GDOES (Glow-discharge optical emission spectroscopy), door laag per laag van het oppervlak af te nemen tot aan het basismateriaal; mogelijkheid om segregatie of diffusie-effecten van een chemische behandeling na te gaan;
- iii. Analyse van organische bekleding: met infrarood spectrometer van de chemische aard van coatings, in het bijzonder van verven.

Wat zijn de fysische eigenschappen van het oppervlak?

- i. Elektrische eigenschappen: elektrische conductiviteitsmeting van oppervlak;
 - ii. Optische & stralingseigenschappen: reflectie- en absorptiemeting, metingen mogelijk in ultraviolet, zichtbare en infrarood spectrum, evaluatiemogelijkheid tov zonnenspectrum;
 - iii. Meting van de oppervlaktespanning: in het bijzonder hydrofoob of hydrofiel gedrag, via contacthoekmeting in een 'sessile drop' test; meerdere vloeistoffen mogelijk;
 - iv. Wrijving: meting van de wrijvingscoëfficiënt met pin-on-disc tribometer.
- Proeven m.b.t. de samenstelling en het aspect van het oppervlak

Wat is de textuur en het aspect van het oppervlak?

- i. Ruwheidsmeting: verschillende draagbare toestellen die Ra en talrijke andere parameters weergeven;
- ii. Optische profielmeter: 3D cartografie, contactloos, met als resultaat een 3D beeld dat toelaat om de conventionele parameters te bepalen;
- iii. Colorimeter: meting van de belangrijkste kleurparameters (L, a, b) inclusief glansmeting; vaste en draagbare toestellen

Hoe ziet het oppervlak eruit op microscopische schaal?

- i. Optische microscopie: verscheidene microscopen aanwezig, waaronder binoculaire, digitale micrografie en plaatsevaluatie van het reliëf; BELAC accreditering voor vergroting;
- ii. Draagbare microscoop: optische microscoop van laboklasse bruikbaar on-site;
- iii. (Draagbare) digitale microscopie (metingen on site): automatische XYZ-monsterbeweging, macro- en microscopie, stitching van grote oppervlaktes, ruwheidsevaluatie dmv 3D beeld;
- iv. Elektronenmicroscopie: diverse scanning elektronen microscopen aangepast aan alle vaste materiaaltypes; mogelijkheid tot zeer grote vergroting, verschillende opties waaronder grote monsterekamer, EDS en WDS analyse (lokale elementaire samenstelling), EBSD (bepalen kristallografie en oriëntering van materiaal kristallen); BELAC accreditering voor vergroting en semi-quantitatieve EDS.

Welke bestanddelen of afwijkingen zijn aanwezig in coatings op microscopisch niveau?

- i. Foto elektron spectrometrie (XPS): elementaire en moleculaire analyse van de coating samenstelling, sputtering analyse mogelijk om verschillende coatings laag per laag te evalueren, koppeling met 2 in-situ behandelkamers voor testen en analyse zonder vervanging van de atmosfeer;
- ii. Oppervlakte-analyse via massaspectrometrie: bepaling van moleculaire structuren aanwezig op het oppervlak, completer dan XPS methode, elementaire en moleculaire cartografie van de coating;
- iii. Auger microscopie (voor geleidende materialen): fijne karakterisatie van interfaces om reacties en fouten op te sporen; ex-situ of in-situ fractografie mogelijk om de opper-

vlakte-chemie van de zwakke interfaces van een massief systeem te evalueren;

- iv. Elektronenmicroscoop met mechanische module: directe visualisatie van de microstructuur dmv elektronenmicroscopie tijdens in-situ mechanische vervorming (trekproeven, plooiën).
- Proeven m.b.t. de functionaliteit (antibacterieel, zelfreinigend, hittebestendig ...)
 - i. Vervuiling door externe blootstelling: evaluatie van de vervuiling van oppervlakken blootgesteld aan buitenlucht via versnelde test (carbonblacktest), eventueel op blootstellingsplaats; gedrag bij graffiti; evaluatie van reinigbaarheid;
 - ii. Vervuiling bij intern gebruik: vervuiling door voedingsmiddelen, vingerafdrukken (referentievloeistof).
 - Testen de duurzaamheid en weerstand tegen degradatie
 - i. Corrosiegedrag: versnelde corrosietesten, zoutneveltesten, UV degradatie, humido-thermische en klimatologische cycli, meerdere normen mogelijk;
 - ii. Slijtage ten gevolge van wrijving: van kamertemperatuur tot 800°C;
 - iii. Corrosie in extreme milieus: evaluatie van het gedrag in zeer agressieve milieus zoals gesmolten zout (bij hoge temperatuur) of sterke en geconcentreerde zuurmengelingen;
 - iv. Reinigbaarheid: tov verschillende substanties, evaluatie van krasweerstand (micro- en nanoscratch).

3. Procestechnologie

- Applicatie

Metallische bekleding

- i. Coating via onderdompeling: 2 gloei- en dompelcoating simulatoren laten toe om metallische delen te behandelen met verschillende metallische legeringen waarvan de smelt-

température tot 700°C gaat (Al, Mg, Zn legering); mogelijkheid tot voorafgaande behandelingen in diverse reducerende of oxiderende atmosferen;

- ii. Elektrolitische coating: 2 cellen van A5 en A4 formaat respectievelijk; bekleding op basis van zink, nikkel, chroom, ..., gecontroleerde agitatie en hoge stromingsdensiteiten mogelijk.

Dunne lagen

- i. Beneveling via PVD (Physical Vapour Deposition): magnetron kathodeverstuiving, verdamping in labotoestel, afmetingen substraat $\leq$ A4;
- ii. Beneveling via PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition): op lage of atmosferische druk (DBD – Dielectric-barrier discharge);
- iii. Toepassing van dunne coating via vloeibare weg: beneveling via bar coating, spin coating, dip coating, roll coating, slot die en spray;

- iv. Specifieke druktechnieken: beneveling via serigrafie, flexografie, ink jet, op labotoestellen ingeplant in cleanroom.

Verandering van de oppervlakte-textuur

- i. Afwerken van 2D – 3D stukken: tribo-finishing, chemisch polijsten, elektrolytisch polijsten.
- Upscaling van concepten naar grotere schaal, tot en met coil-to-coil in continue lijnen
 - i. Pilootlijn voor gloeien en dompelcoating: bestemd voor behandeling van metallisch plaatwerk onder de vorm van coils; ervaring met staal (koolstof en roestvast) en aluminium; laat toe om continue processen te simuleren inclusief thermische behandeling met gecontroleerde afkoeling en galvanisatie (op staal, basislegeringen met Zn en Al);
 - ii. Pilootlijn voor chemische oppervlaktebehandelingen:

bestemd voor behandeling van metallische plaatwerk onder de vorm van coils, ervaring met staal (koolstof en roestvast) en aluminium; laat toe om continue processen te simuleren inclusief beitsen, ontvetten, elektrolytisch coaten; aanbrengen van dunne lagen via spray, onderdompeling, roll coating, conversie, passivering of activering, binnenkort ook poederlakken;

iii. Piloottools 'dunne lagen': verschillende pilootopstellingen voor beneveling via PVD, PECVD en vloeibare weg.

Contactpersoon en contactgegevens:

CRMGroup – Zwijnaarde

Isabelle Tolleneer
isabelle.tolleneer@crmgroup.be

Griet Lannoo
griet.lannoo@crmgroup.be

CRMGroup

Présentation

Le CRMGroup est un organisme de recherche dont les activités, fortement orientées 'marché', se focalisent sur la production, la transformation, le revêtement et les propriétés en service des matériaux métalliques. Le CRM est établi d'une part à proximité de Liège (Sart-Tilman, Ramet) et d'autre part à proximité de Gand (Zwijnaarde).

Créé au départ pour promouvoir la R&D dans le domaine de la production métallurgique, Le CRMGroup a été amené à élargir ses domaines d'activité. Il est actuellement opérationnel à trois niveaux: acteurs sidérurgiques, partenariat de 'membres adhérents' et réseaux de PME.

Chacun de ces niveaux d'activité a donné lieu à l'acquisition d'une expertise et au développement d'outils spécifiques qui peuvent être mis à disposition des entreprises pour leurs propres développements:

- (1) Collaboration avec les grands

acteurs sidérurgiques: expertise entre autres dans les techniques de surface et revêtements; élaboration d'outils de laboratoire et d'upscale de classe internationale.

- (2) Partenariat avec les 'membres adhérents' en Belgique et en Europe: développements de connaissances et de propriétés dédiées.
- (3) Collaboration avec les réseaux de PME en Belgique et en Europe: développements communs de procédés et/ou produits spécifiques; nombreux tests de caractérisation.

Description des essais/analyses réalisés pour des tiers

Les techniques ci-dessous sont groupées par questions auxquelles elles donnent réponse.

1. Essais du/sur le substrat

Quelle est la composition du substrat?

- Analyse de composition par étincelage: composition chimique sur toute la gamme des aciers jusqu'aux aciers inoxydables réfractaires; accréditation BELAC pour l'analyse des aciers bas alliés;
- Analyse de composition par fluorescence X: analyses chimiques semi-quantitatives d'échantillons massifs ou en poudre ainsi que de revêtements;
- Techniques d'analyse portables: XRF portable et OES portable permettent des analyses de composition chimique et sont applicables sur site extérieur (stockage, atelier, etc.).

Quel est l'état du substrat?

- Diffraction de rayons X: détermination de la texture interne, identification des phases et mesure de contraintes internes;
- Analyse du carbone de surface: la pollution de surface en carbone peut être un point crucial pour les

revêtements; la technique disponible permet de déterminer la teneur en carbone organique présent à la surface;

- Présence d'hydrogène: l'hydrogène est un élément problématique car fragilisant même à faibles teneurs; les techniques disponibles, par désorption thermique, permettent de déterminer de très faibles quantités d'hydrogène dans les métaux (aciers, titane...); il est possible aussi d'introduire de l'hydrogène pour simuler le comportement des matériaux;
- Dilatomètre: Mesure précise des coefficients de dilatation et par là suivi des transformations de phases lors des traitements thermomécaniques.

Quelles sont les propriétés mécaniques du substrat?

- Essais de traction: mesures des propriétés mécaniques des matériaux métalliques ou non-métalliques; des essais en température sont également possibles; accréditation BELAC pour essais à température ambiante;
- Essais de fatigue: essais de fatigue sur substrats métalliques ou non-métalliques, nus ou revêtus; accréditation BELAC pour les essais sur composite fibre de verre;
- Essais de fluage: propriétés des matériaux à hautes températures;
- Combinaison de corrosion et de contraintes: test 'stress corrosion cracking'
- Mesures de dureté: dureté Brinell, Rockwell ou Vickers sur matériaux massifs; accréditation BELAC; d'autres techniques disponibles pour la dureté des revêtements;
- Essais de dureté micro et nano: mesures à des échelles beaucoup plus précises; détermination des duretés locales ou de profils de dureté liés à des traitements thermochimiques de surface; techniques applicables sur échantillons revêtus ou non;
- Capacité de déformation: mesure d'expansion de trou.

Production de substrats ayant des propriétés spécifiques

- Production de substrats en alliages spéciaux: plusieurs fours de fusion

et de coulée disponibles, avec des capacités allant de 1kg à 1 tonne;

- Mise à forme et traitement d'alliages spéciaux: unités de laminage (en continu) et de traitements thermiques.

2. Essais sur le produit final traité

- Essais liés aux propriétés physiques et chimiques

Quelle est l'épaisseur du revêtement?

- i. Analyse gravimétrique des revêtements métalliques sur aciers: mesure des dépôts en gr/m^2 pour différents types de revêtements: zinc, aluminium et leurs alliages, PVD...; accréditation BELAC;
- ii. Mesures portables: mesures locales de l'épaisseur de revêtements non magnétiques sur substrats métalliques par courants d'Eddy (p. ex. Zinc sur acier)

Quelle est la composition chimique d'un revêtement?

- i. Analyse chimique des revêtements par ICP: les revêtements sont mis en solution et cette solution est analysée par ICP pour déterminer leur composition chimique élémentaire; méthode très précise;
- ii. Analyse de composition couche par couche: analyse élémentaire par spectrométrie GDOES, en descendant couche par couche de la surface vers le matériau de base; possibilité de déterminer des ségrégations ou des pénétrations de traitements chimiques;
- iii. Analyse des revêtements organiques: analyse par spectrométrie infra-rouge de la nature chimique des revêtements, en particulier des peintures.

Quelles sont les propriétés physiques de surface?

- i. Propriétés électriques: mesure de la conductivité électrique de surface;
- ii. Propriétés optiques et radiatives: mesure de la réflectance, de l'émittance et de l'absor-

bance; mesures possibles dans l'ultraviolet, le visible et l'infrarouge; possibilité d'évaluation vis-à-vis du spectre solaire;

- iii. Mesure de l'énergie de surface: en particulier comportement hydrophobe ou hydrophile; via la méthode de la goutte sessile; plusieurs liquides possibles;
- iv. Frottement: mesure du coefficient de friction au tribomètre pin-on-disc.

- Essais liés à la composition et à l'aspect d'un revêtement

Quels sont la texture et l'aspect du revêtement?

- i. Mesures de rugosité: différents appareils portables donnant le Ra et de nombreux autres paramètres;
- ii. Profilomètre optique: cartographie 3D et sans contact; donne une image 3D et permet de déduire les paramètres conventionnels;
- iii. Colorimètre: mesure des principaux paramètres de couleur (L, a, b); appareils fixes de laboratoire et appareils portables; mesure de brillance.

Voir le revêtement à l'échelle microscopique

- i. Microscopie optique: plusieurs microscopes disponibles, dont binoculaire; micrographies numériques et évaluation locale du relief; accréditation BELAC pour le grossissement;
- ii. Microscopie portable: microscope optique de classe laboratoire utilisable sur site;
- iii. Microscopie digitale portable (mesures sur site): mouvements automatisés, macro et microscopie, stitching de grandes surfaces, évaluation de rugosité par image 3D;
- iv. Microscopie électronique: plusieurs microscopes à balayage adaptés à tous types de matériaux solides; outre des vues '2.5D' à très fort grossissement, différentes options: large chambre, analyse EDS et WDS (composition élémentaire

locale), EBSD (nature cristallographique et orientation des cristaux du matériau); accréditation BELAC pour un des appareils.

Analyser au niveau microscopique les composants et les anomalies des revêtements

- i. Spectrométrie par photoélectrons (XPS): analyses élémentaires et moléculaires de la chimie des surfaces; analyses en profondeur possibles pour évaluer les différentes couches d'un revêtement; couplage avec deux chambres de traitement in-situ pour tests et analyses sans remise à l'atmosphère;
 - ii. Analyse de surface par spectrométrie de masse: détermination des structures moléculaires présentes en surface de manière plus complète que la méthode XPS; cartographies élémentaires et moléculaires de surface;
 - iii. Microscopie Auger (pour matériaux conducteurs): caractérisation fine des interfaces pour déceler des réactions ou des défauts; la fractographie ex-situ ou in-situ permet d'évaluer les chimies de surface des interfaces faibles d'un système massif;
 - iv. Microscopie électronique avec module mécanique: visualisation directe en microscopie électronique lors d'une déformation mécanique (traction, pliage).
- Essais liés à la fonctionnalité (antibactérien, autonettoyant, résistant à la chaleur...)
 - i. Encrassement en exposition extérieure: évaluation de la résistance à l'encrassement des surfaces exposées en milieu extérieur par test accéléré (test au noir de carbone), éventuellement et sur site d'exposition; comportement aux graffitis; évaluation de l'aptitude au nettoyage;
 - ii. Encrassement en utilisation intérieure: encrassement par substances alimentaires,

traces de doigts (liquide de référence).

- Essais liés à la durabilité et à la résistance à la dégradation
 - i. Tenue à la corrosion: essais de corrosion accélérée: brouillard salin, dégradation UV, humido-therme ainsi que cycle climatique; plusieurs normes possibles;
 - ii. Tests d'usure par frottement: de la température ambiante à 800°C;
 - iii. Corrosion en milieux extrêmes: évaluation de la tenue dans des milieux très agressifs tels que les sels fondus (à haute température) ou les mélanges d'acides forts et concentrés;
 - iv. Résistance aux opérations de nettoyage: vis-à-vis de diverses substances; évaluation de la résistance à la rayure (micro- et nano-scratch).

3. Procédé

- Application

Revêtements métalliques

- i. Revêtements au trempé: deux simulateurs de recuit et galvanisation permettent de traiter des pièces métalliques avec différents alliages métalliques ayant une température de fusion jusqu'à 700°C (Alliages Al, Mg, Zn); possibilité de traitements préalables dans différentes atmosphères réductrices ou oxydantes;
- ii. Revêtements électrolytiques: deux cellules de format ~A5 et A4 respectivement; revêtements à base de zinc, nickel, chrome, ...; agitation contrôlée et hautes densités de courant possibles.

Couches minces

- i. Dépôts par PVD (Physical Vapour Deposition): pulvérisation cathodique magnétron, évaporation sur équipement de laboratoire (support plan de dimension $\leq A4$);
- ii. Dépôts par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition): à basse pression ou à pression atmosphérique

(DBD – Décharge à Barrière Diélectrique);

- iii. Application de revêtements minces par voie liquide: dépôts par bar coating, spin coating, dip coating, roll coating, slot die et spray;
- iv. Techniques d'impression dédiées: dépôts par sérigraphie, flexographie, ink jet, sur équipements de laboratoire implantés en salle blanche.

Modification de la texture de surface

- i. Finition de pièces 2D et 3D: tribo-finition, polissage chimique, électro-polissage.
- Upscaling (transposition à plus grande échelle, y compris en bobines dans des lignes continues)
 - i. Ligne pilote de recuit et revêtement au trempé: destinée au traitement de tôles métalliques sous forme de bobines; expérience avec acier (carbone et inoxydable) et aluminium; permet de simuler en continu: traitement thermique, refroidissement contrôlé et galvanisation à chaud (sur aciers, alliages de base Zn et Al);
 - ii. Ligne pilote de traitements chimiques des surfaces: destinée au traitement de tôles métalliques sous forme de bobines; expérience avec acier (carbone et inoxydable) et aluminium; permet de simuler en continu: décapage, dégraissage, revêtements électrolytiques; dépôt de couches minces par spray, trempé, enduction au rouleau, conversion, passivation ou activation; prochainement peinture en poudre;
 - iii. Outils pilotes 'couches minces': différents outils pilotes pour les dépôts par PVD, PECVD et voie liquide.

Personne de contact et coordonnées:

CRMGroup – Sart-Tilman, Ramet
Philippe Fourneaux
philippe.fourneaux@crmgroup.be