

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

EP 0 902 098 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
17.03.1999 Bulletin 1999/11

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: C23C 2/28

(21) Numéro de dépôt: 98402165.9

(22) Date de dépôt: 02.09.1998

(84) Etats contractants désignés:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE  
Etats d'extension désignés:  
AL LT LV MK RO SI

- Moreau, Thierry  
92290 - Chatenay Malabry (FR)
- Six, Thérèse  
60160 - Montataire (FR)

(30) Priorité: 09.09.1997 FR 9711144

(74) Mandataire: Ventavoli, Roger  
USINOR,  
Direction Propriété Industrielle,  
Immeuble "La Pacific",  
La Défense,  
11/13 Cours Valmy,  
TSA 10001  
92070 La Défense (FR)

(71) Demandeur: SOLLAC  
92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeurs:  
• Prat, Jean-Michel  
60180 - Nogent sur Oise (FR)

(54) Procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier galvanisé allié sans phases en surface

(57) Procédé comprenant une seule étape de traitement thermique d'alliation d'une tôle galvanisée, caractérisé en ce que :

ment sont limitées de manière à ce que la teneur moyenne en fer dans le revêtement allié obtenu ne dépasse pas 6 g/m<sup>2</sup>.

- la température maximale atteinte par la bande lors dudit traitement est supérieure ou égale à 490°C,
- ladite température maximale et la durée du traite-

Application aux aciers emboutissables sans interstitiels.

La tôle obtenue résiste à la fois au poudrage et à l'écaillage.

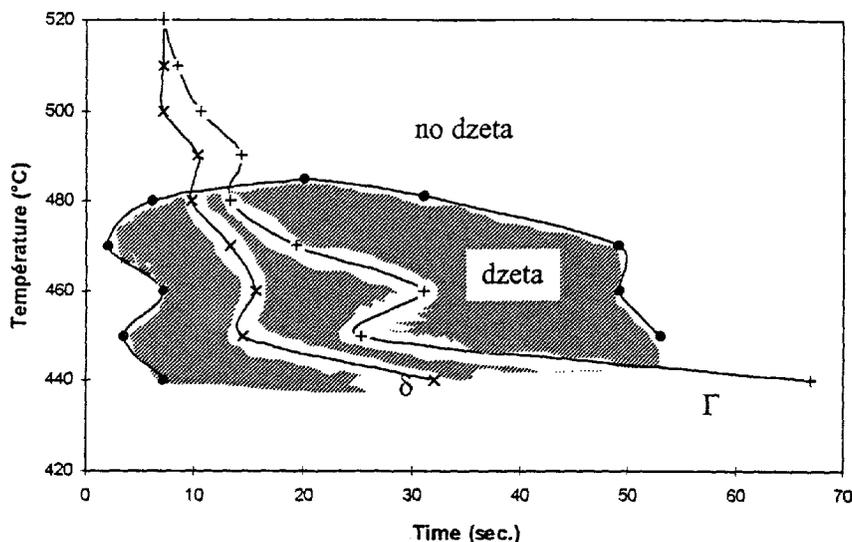


Fig.1

EP 0 902 098 A1

## Description

**[0001]** L'invention concerne une tôle d'acier galvanisé allié résistant à la fois au poudrage et à l'écaillage.

**[0002]** L'invention concerne des procédés de fabrication de cette tôle d'acier galvanisé allié dans lequel, après trempé d'une tôle d'acier dans un bain de galvanisation, on effectue un traitement thermique de la tôle d'acier galvanisée pour réaliser une alliation zinc-fer entre la couche de galvanisation à base de zinc et son substrat à base de fer.

**[0003]** L'invention porte plus particulièrement sur le traitement thermique d'alliation.

**[0004]** Pour obtenir une alliation complète du zinc de galvanisation avec le substrat, les conditions thermiques du traitement d'alliation à appliquer dépendent de nombreux paramètres, parmi lesquels :

- la composition de l'acier du substrat, notamment les teneurs en P, Si, Ti ou Nb ;
- la température et la composition du bain de galvanisation, notamment la teneur en aluminium ;
- la température de la tôle d'acier au moment de l'immersion dans le bain et l'épaisseur du revêtement de galvanisation en sortie de bain après essorage.

**[0005]** La structure du revêtement galvanisé allié obtenu par ce type de procédé est généralement stratifiée en plusieurs sous-couches superposées de phases différentes d'alliage fer-zinc, plus riches en zinc auprès de la surface, plus riches en fer auprès de l'interface substrat-revêtement.

**[0006]** Le revêtement galvanisé allié obtenu, considéré dans l'ensemble de son épaisseur, présente généralement une teneur moyenne en fer comprise entre 8 et 14%.

**[0007]** Du substrat vers la surface, on peut ainsi trouver les sous-couches suivantes : une phase gamma ( $\Gamma$ ), plusieurs phases delta ( $\delta$  dite « compacte » et  $\delta$  une phase dzéta ( $\zeta$ ).

**[0008]** Si l'alliation était incomplète, on trouverait encore, en surface de revêtement, de la phase éta ( $\eta$ ) correspondant à du revêtement initial de galvanisation non allié au fer.

**[0009]** La micro-dureté « Vickers » des principales phases considérées est la suivante : phase  $\Gamma$  : 505 - phase  $\delta$  : 353 - phase  $\zeta$  : 208.

**[0010]** Pour les besoins de l'industrie, on cherche à produire des tôles galvanisées alliées très résistantes à la fois au poudrage et à l'écaillage.

**[0011]** Poudrage et écaillage sont des dégradations mécaniques du revêtement qu'on observe généralement sous l'effet de contraintes appliquées à la tôle dans des opérations d'emboutissage des tôles.

**[0012]** Le poudrage se produit par fissuration dans l'épaisseur-même du revêtement, notamment sous l'effet de contraintes de compression dans la zone du serre-flan de la machine d'emboutissage.

**[0013]** L'écaillage se produit plutôt par fissuration à l'interface revêtement-substrat sous l'effet de contraintes de cisaillement.

**[0014]** Ces deux objectifs de résistance au poudrage et à l'écaillage entraînent des contraintes contradictoires au niveau du traitement thermique d'alliation.

**[0015]** En effet, pour éviter le poudrage, il est nécessaire de limiter la formation des phases  $\Gamma$  et  $\delta$  « compacte » qui sont les phases les plus dures et les plus cassantes du revêtement (la phase  $\delta$  « compacte » étant en outre micro-cristallisée), ce qui conduit globalement à maintenir la température et la durée du traitement thermique d'alliation à des valeurs suffisamment faibles pour limiter la teneur moyenne en fer du revêtement ; mais, dans ces conditions d'alliation, il risque de subsister de la phase  $\zeta$  en surface du revêtement.

**[0016]** Au contraire, pour éviter l'écaillage, il est nécessaire d'effectuer le traitement thermique d'alliation dans des conditions de température et de durée suffisamment élevées pour éliminer en surface du revêtement la phase  $\zeta$  qui possède un coefficient de frottement élevé responsable du risque d'écaillage.

**[0017]** Mais, dans ces conditions d'alliation, on obtient alors des revêtements riches en fer comprenant des sous-couches épaisses de phases  $\Gamma$  et  $\delta$  « compacte » qui provoquent des risques de poudrage.

**[0018]** Les inconvénients de la présence de phase  $\zeta$  sont plus importants sur les nuances d'acier à basse teneur en carbone dits « ULC » (Ultra Low Carbon en langue anglaise) ; en effet, sur ces nuances, les revêtements galvanisés ou galvanisés alliés présentent en effet une moins bonne adhérence, ce qui augmente les risques d'écaillage à cet interface sous l'effet de contraintes de cisaillement transmises par la phase  $\zeta$  superficielle.

**[0019]** On appelle nuance d'acier à basse teneur en carbone soit un acier contenant moins  $5 \cdot 10^{-3}$  % en poids de carbone, soit un acier présentant une teneur en carbone supérieure mais dont une partie importante est piégée par des éléments d'addition comme le titane et/ou le niobium.

**[0020]** L'invention a pour but de fournir une tôle d'acier galvanisée alliée présentant à la fois une bonne résistance au poudrage et à l'écaillage, en particulier sans phase  $\zeta$  en surface et avec des phases dures et cassantes, notamment  $\Gamma$ , d'épaisseur minimisée.

**[0021]** Les documents JP 06 0881912 A et JP 04 013855 de la Société NISSHIN STEEL décrivent un procédé de fabrication d'une tôle galvanisée alliée par alliation d'une tôle galvanisée comprenant une seule étape de traitement thermique d'alliation ; la température maximale du traitement thermique est comprise entre 450°C et 500°C et la durée de maintien à cette température est inférieure à 1 minute.

**[0022]** Selon ces documents, on obtient une couche galvanisée complètement alliée, c'est à dire sans phase  $\eta$ , mais aussi sans phase  $\zeta$  et qui présente également une phase  $\Gamma$  d'épaisseur minimisée ( $\leq 0,5 \mu\text{m}$ ).

**[0023]** Selon ces documents, l'alliage de fer et de zinc qui forme l'essentiel de la couche galvanisée alliée obtenue contient également :

- d'une manière classique, moins de 0,5% en poids d'aluminium ;
- de 0,1 à 0,5% en poids de chrome pour JP 06 0881912 A, de 0,02 à 1% en poids de nickel pour JP 04 013855 A.

**[0024]** Les bains de galvanisation contiennent généralement de l'aluminium pour contrôler l'alliation du revêtement au sein même du bain ; il est donc tout à fait classique de retrouver de l'aluminium ( $\leq 0,5\%$ ) dans la couche galvanisée alliée ; la teneur en aluminium dans la couche est classiquement de l'ordre de 0,2 %.

**[0025]** A l'inverse, la présence, dans la couche galvanisée alliée, de chrome ou de nickel dans les proportions indiquées ci-dessus n'est pas du tout classique ; la présence de ces éléments dans le bain de galvanisation entraîne la formation de mattes de fond qui sont particulièrement gênantes en exploitation en continu.

**[0026]** L'invention a pour but de fournir une tôle d'acier galvanisée alliée présentant à la fois une bonne résistance au poudrage et à l'écaillage.

**[0027]** L'invention a également pour but de limiter la formation de mattes de fond pendant l'étape de galvanisation.

**[0028]** A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier emboutissable sans interstitiel revêtue d'une couche galvanisée alliée, comprenant une étape de galvanisation par trempé de ladite tôle d'acier dans un bain à base de zinc et une seule étape de traitement thermique d'alliation de ladite tôle d'acier galvanisée, caractérisé en ce que :

- la température maximale atteinte par la bande lors dudit traitement est supérieure ou égale à 490°C,
- ladite température maximale et la durée de traitement sont limitées de manière à ce que la teneur moyenne en fer dans le revêtement allié obtenu ne dépasse pas 6 g/m<sup>2</sup>.

**[0029]** L'invention peut également présenter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- ledit bain est constitué essentiellement de zinc, d'aluminium à une teneur pondérale comprise entre 0,10 et 0,135%, de fer, optionnellement d'un agent de fleurage, et des impuretés résiduelles inévitables.
- après galvanisation et avant traitement thermique, dans la couche de galvanisation, la proportion de chrome est inférieure à 0,1% en poids et/ou la proportion de nickel est inférieure à 0,02% en poids.
- la durée de maintien à ladite température maximale est inférieure à une minute.
- ladite température maximale est inférieure ou égale

à 510°C.

- ladite température maximale est comprise entre 495°C et 505°C

5 **[0030]** L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple non limitatif, et en référence aux figures annexées sur lesquelles :

- 10 - la figure 1, à laquelle l'exemple 1 se réfère, illustre, dans un diagramme « durée de traitement (secondes) - température maximale de traitement (°C) », le domaine d'existence de la phase  $\zeta$  (zone hachurée limitée par les points figurés par ●), ainsi que les limites des domaines d'apparition des phases  $\Gamma$  (points figurés par +) et  $\delta$  (points figurés par x).
- 15 - les figures 2 et 3, auxquelles l'exemple 2 se réfère, illustrent d'une part l'évolution de la teneur en fer (g/m<sup>2</sup>) de la couche galvanisée alliée en fonction de la température maximale du traitement d'alliation (fig.2) et d'autre part l'évolution du poudrage (g/m<sup>2</sup>) de la couche galvanisée alliée en fonction de la teneur en fer (g/m<sup>2</sup>) dans cette couche (fig.3).

25 **[0031]** L'installation de fabrication en continu de la tôle galvanisée alliée selon l'invention comprend d'une manière classique un dispositif de galvanisation par trempé dans un bain de métal fondu et, en ligne, un dispositif de traitement thermique d'alliation.

30 **[0032]** D'une manière classique, le dispositif d'alliation comporte donc des moyens de défilement de bande présentant, dans le sens du défilement, un brin montant, un rouleau de support et de guidage de bande au sommet de l'installation (en anglais : « top roll »), et un brin descendant.

35 **[0033]** Le brin montant est positionné à l'aplomb du bain de galvanisation et des moyens d'essorage de la bande, qui font partie du dispositif de galvanisation.

**[0034]** Selon le mode principal de réalisation de l'invention, le long du brin montant, sont positionnés successivement des moyens de traitement thermique d'alliation et des moyens de refroidissement de la bande.

40 **[0035]** Les moyens de traitement thermique comprennent par exemple de moyens de montée en température et un four de maintien.

45 **[0036]** Les moyens de traitement thermique et les moyens de refroidissement sont connus en eux-mêmes et ne sont pas décrits ici en détail.

50 **[0037]** Ainsi, selon l'agencement de l'installation, l'alliation est réalisée lors d'une seule étape de traitement thermique, contrairement aux procédés décrits dans les documents JP 02 194157 A et JP 07 034213 A de la Société SUMITOMO, JP 08 165550, JP 05 320853 A et JP 61 223174 A de la Société NIPPON STEEL.

55 **[0038]** On va maintenant décrire le mode principal de préparation d'une tôle galvanisée alliée selon l'invention.

**[0039]** Le procédé selon l'invention est spécialement

adapté à la préparation de couches galvanisées alliées sur des tôles d'acier dites « sans intersticiels » (en langue anglaise « Interstitial Free » ou « IF ») et emboutissables ; on entend par acier IF emboutissable des nuances « IF », ou « IF (Ti, Nb) », « IF (Ti, B) », ou « IF (Ti) », c'est à dire des aciers « IF » sans autres éléments d'addition (comme Ti et/ou Nb, B) que ceux destinés à piéger du carbone et/ou de l'azote.

**[0040]** On fabrique en continu une tôle galvanisée en faisant défiler une bande de tôle d'acier IF emboutissable dans l'installation de galvanisation, notamment par trempé dans un bain de galvanisation.

**[0041]** D'une manière classique, le bain contient donc essentiellement du zinc, de l'aluminium pour contrôler l'alliation dans le bain, du fer résultant de la dissolution de la bande et les impuretés résiduelles inévitables ; ce bain peut également contenir des agents de fleurage, comme du plomb, de l'antimoine ou du bismuth ; la teneur pondérale en aluminium dans le bain est comprise entre 0,10 et 0,135 % ; les proportions de nickel et de chrome provenant des impuretés sont largement inférieures à respectivement 0,02% et 0,1% en poids.

**[0042]** A la sortie du dispositif de galvanisation et après essorage, à l'aide des moyens de traitement thermique d'alliation, on chauffe ensuite en continu la bande jusqu'à une température maximale supérieure ou égale à 490°C, tout en maintenant des conditions de température et de durée de traitement adaptées d'une part pour obtenir une alliation complète ( $\equiv$  sans phase  $\eta$ ) du revêtement de galvanisation avec l'acier de la bande d'autre part pour que la teneur moyenne en fer dans le revêtement allié obtenu ne dépasse pas 6 g/m<sup>2</sup>.

**[0043]** Les dispositions (réglages de l'installation) qui permettent de satisfaire ces critères sont à la portée de l'homme du métier ; en pratique, la durée de maintien à la température maximale ne dépasse pas 1 minute.

**[0044]** De préférence, lorsque la durée de maintien est inférieure à 1 minute, la température maximale atteinte par la bande lors de ce traitement est comprise entre 490°C et 510°C, si possible entre 495°C et 505°C.

**[0045]** A l'aide des moyens de refroidissement, on refroidit ensuite la bande de tôle à une température suffisamment basse pour que le revêtement ne soit pas détérioré au moment du passage de la bande sur le rouleau support de bande du sommet ; cette température est généralement inférieure ou égale à 300°C.

**[0046]** On obtient alors, en une seule étape de traitement thermique, une bande d'acier galvanisé allié très résistante à la fois à l'écaillage et au poudrage.

**[0047]** Cette bande d'acier résiste à l'écaillage parce que la proportion de phase  $\zeta$  en surface est inférieure au seuil détectable ; l'objectif de faible proportion de phase  $\zeta$  est atteint selon l'invention quelle que soit la durée du traitement parce que la température maximale de traitement est supérieure ou égale à 490°C, comme l'illustre l'exemple 1 ci-après.

**[0048]** Cette bande d'acier résiste au poudrage parce que la quantité de fer contenue dans le revêtement est

inférieure ou égale à 6 g/m<sup>2</sup>, comme l'illustre l'exemple 2 ci-après.

**[0049]** Si la température maximale de traitement thermique est inférieure à 490°C, par exemple dans l'intervalle 450°C-490°C comme dans l'art antérieur, on risque, selon la durée du traitement, de maintenir une quantité trop importante de phase  $\zeta$  en surface du revêtement, ce qui est préjudiciable à la résistance à l'écaillage, notamment dans le cas des aciers IF emboutissables.

**[0050]** Si la température maximale de traitement thermique est supérieure à 510°C et/ou si la durée du traitement est trop élevée, notamment si la durée de maintien à cette température maximale est supérieure à 1 minute, la quantité de fer contenue dans le revêtement risque d'être supérieure à 6 g/m<sup>2</sup>, ce qui est préjudiciable à la résistance au poudrage comme illustré à l'exemple 2.

**[0051]** Comme la sensibilité des nuances d'acier aux phénomènes d'alliation et de croissance des phases riches en fer est variable, les nuances les plus sensibles nécessiteront de maintenir une température maximale très proche de la limite inférieure fixée selon l'invention (490°C, de préférence 495°C).

**[0052]** Ainsi, le procédé pour obtenir un revêtement galvanisé allié quasiment sans phase  $\zeta$  et avec une couche d'épaisseur minimale de phases dures et cassantes, notamment  $\Gamma$ , est avantageux, notamment par rapport aux procédés déjà cités et décrits dans les documents JP 02 194157 A et JP 08 165550 A, parce que, selon l'invention, on n'effectue qu'une seule étape de traitement thermique, ce qui est beaucoup plus économique et productif.

**[0053]** Le procédé selon l'invention ne prévoit aucun refroidissement intermédiaire, notamment en dessous de 400°C, au cours de l'étape de traitement thermique ; le refroidissement n'intervient qu'à la fin du traitement thermique.

**[0054]** Enfin, le procédé d'alliation selon l'invention part d'une tôle galvanisée, c'est à dire revêtue d'une couche à base de zinc non allié, et non pas d'une tôle revêtue d'un alliage zinc-fer déjà formé comme dans le document WO 90 02043 A ; par ailleurs, la durée du traitement thermique selon l'invention est beaucoup plus courte que celles décrites dans ce document, ce qui est, à l'évidence, avantageux en termes de productivité.

**[0055]** Les exemples suivants illustrent l'invention.

#### Exemple 1:

**[0056]** Cet exemple a pour but d'illustrer l'intérêt à effectuer le traitement thermique d'alliation à une température maximale supérieure ou égale à 490°C, conformément à l'invention.

**[0057]** Les essais de traitement thermique d'alliation sont réalisés sur des échantillons de tôles d'acier galvanisé de nuance ULC.

**[0058]** La nuance d'acier utilisée présente l'analyse

suivante (teneurs exprimées en millièmes de pour-cent pondéral :  $10^{-3}$  %) : C = 2 - Mn = 150 - P < 15 - S < 10 - Al = 35 - Nb = 15 - Ti = 15.

**[0059]** Ces échantillons ont été préalablement galvanisés dans les mêmes conditions, dans un bain de zinc porté à 470°C et contenant 0,135 % d'aluminium ; le bain de galvanisation ne contient pas de nickel ni de chrome, en dehors des impuretés inévitables, de sorte que, dans la couche de revêtement des échantillons, la proportion de chrome est inférieure à 0,1% en poids et/ou la proportion de nickel est inférieure à 0,02% en poids ; les conditions de galvanisation sont adaptées pour obtenir un revêtement de 60 g/m<sup>2</sup> correspondant à environ 8 µm d'épaisseur.

**[0060]** On procède à une série de traitement thermique d'alliation des échantillons ; chaque échantillon est porté à une température maximale de traitement, puis maintenu à cette température pendant une durée pouvant atteindre 70 secondes.

**[0061]** Pendant la durée de maintien à cette température, on effectue par diffractométrie de rayons X, la détection et l'identification des phases ζ, δ et Γ de manière à repérer la durée de maintien au bout de laquelle apparaissent les phases ζ, δ et Γ et la durée de maintien au bout de laquelle disparaît la phase ζ ; la limite inférieure de détection est de l'ordre de 5% pour la phase ζ, de l'ordre de 7 à 8% pour la phase Γ et pour la phase δ.

**[0062]** On réalise ainsi des traitements d'alliation à 440°C, 450°C, 460°C, 470°C, 480°C, 490°C, 500°C, 510°C, 520°C, 530°C, 540°C, 550°C et 560°C.

**[0063]** En référence à la figure 1, sur un diagramme comportant en ordonnée la température du traitement, on porte en abscisse, pour chaque température, la durée de maintien au bout de laquelle apparaissent les phases ζ, δ et Γ et la durée de maintien au bout de laquelle disparaît la phase ζ.

**[0064]** Sur la figure 1, la zone hachurée limitée par les points ● correspond au domaine d'existence de la phase ζ ; on constate que, selon l'invention, si la température de traitement d'alliation est supérieure ou égale à 490°C, la phase ζ n'apparaît pas de manière détectable en cours de traitement, quelle que soit la durée de maintien à la température maximale, dans la limite d'une minute environ.

**[0065]** Les limites du domaine d'existence de la phase ζ dépendent évidemment de la nuance d'acier utilisée, et pour des nuances autres que les aciers IF emboutissables, la limite inférieure de température d'alliation pourrait être différente de 490°C environ.

**[0066]** Selon l'invention, pour les aciers IF emboutissables, quelle que soit la durée du traitement thermique, on évite la présence de phase ζ en surface de la couche galvanisée alliée du moment qu'on effectue ce traitement à une température maximale supérieure ou égale à 490°C ; dans ces conditions, la durée du traitement peut être fixée indépendamment de la température de traitement, ce qui facilite le pilotage de l'étape

d'alliation ; la durée de maintien à la température maximale de traitement est de préférence inférieure à une minute.

**[0067]** Par ailleurs, en référence aux limites des domaines d'apparition des phases Γ (points figurés par +) et δ (points figurés par x) de la figure 1, on constate, dans l'intervalle de température 480°C-510°C, un retard à l'apparition des phases δ et Γ (point d'inflexion à 490°C environ sur les courbes correspondant à ces phases) ; cet élément sera pris en compte dans l'enseignement de l'exemple 2.

#### Exemple 2:

**[0068]** Cet exemple a pour but d'illustrer l'intérêt à maintenir la température et la durée du traitement thermique d'alliation à des valeurs suffisamment faibles pour limiter la teneur moyenne en fer du revêtement à une valeur inférieure ou égale à 6 g/m<sup>2</sup>.

**[0069]** A partir d'échantillons galvanisés comme dans l'exemple 1, on effectue des traitements d'alliation en portant les échantillons à une température maximale de traitement prédéterminée, en les maintenant à cette température pendant 15 secondes, puis en les refroidissant.

**[0070]** On procède ainsi à des températures maximales de traitement comprises entre 460 et 530°C.

**[0071]** Sur chaque échantillon galvanisé allié obtenu, on mesure la quantité de fer contenue dans la couche galvanisée alliée ; pour cette mesure, on procède d'une manière connue en elle-même en dissolvant le fer par attaque chlorhydrique et en évaluant la quantité de fer dissous par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme ; la figure 2 montre les résultats obtenus, température (°C) en abscisse et teneur en fer (g/m<sup>2</sup>) en ordonnée ; on constate que la courbe obtenue présente un point d'inflexion vers 500°C.

**[0072]** Sur chaque échantillon galvanisé allié obtenu, on procède également à des tests de poudrage et on mesure la perte en poids (g/m<sup>2</sup>) caractéristique du poudrage ; pour cette mesure, on procède d'une manière connue en elle-même en réalisant un godet par emboutissage de l'échantillon et en mesurant la perte de poids de l'échantillon au cours de l'emboutissage.

**[0073]** Avant emboutissage, on dégraisse la surface et on pèse l'échantillon ; l'échantillon est ensuite recouvert d'une nappe de Téflon® sur ses deux faces puis embouti totalement en enfonçant un poinçon dans une matrice adaptés pour la mise en forme d'un godet ; le godet obtenu est nettoyé aux ultrasons puis pesé à nouveau ; on calcule la différence de poids que l'on divise par la surface initiale de l'échantillon ; le résultat exprimé en g/m<sup>2</sup> reflète le poudrage de la couche de revêtement.

**[0074]** La figure 3 montre les résultats obtenus, teneur en fer (g/m<sup>2</sup>) en abscisse et poudrage (g/m<sup>2</sup>) de la couche de revêtement en ordonnée ; on constate que, pour les revêtements qui présentent une quantité

de fer supérieure à 6 g/m<sup>2</sup>, la résistance au poudrage diminue très sensiblement, le poudrage pouvant alors atteindre le tiers de la densité surfacique du revêtement !

**[0075]** On déduit de la figure 3 que, pour limiter les risques de poudrage sur les tôles d'acier IF emboutissable, il convient de limiter la teneur moyenne en fer du revêtement à une valeur inférieure ou égale à 6 g/m<sup>2</sup> ; en se référant à la figure 2, dans le cas d'un temps de maintien de 15 secondes, on constate que cet objectif est atteint si la température maximale ( $T_{max.}$ ) atteinte au cours du traitement est inférieure ou égale à 510°C.

**[0076]** En combinant à l'enseignement de l'exemple 1, qui concerne l'absence de phase  $\zeta$  lorsque  $T_{max.} \geq 490^\circ\text{C}$ , qui concerne le retard à l'apparition des phases  $\delta$  et  $\Gamma$  si, en outre,  $T_{max.} < 510^\circ\text{C}$ , il apparaît que la fourchette 490°C-510°C offre les conditions les plus avantageuses pour parvenir aux objectifs poursuivis par l'invention.

**[0077]** Pour des temps de maintien différents de 15 secondes, et/ou pour des durées de traitement thermique différentes, il convient d'adapter d'une manière connue en elle-même les conditions de traitement de manière à ce que la teneur moyenne en fer dans le revêtement allié obtenu ne dépasse pas 6 g/m<sup>2</sup>, la température maximale de traitement restant supérieure ou égale à 490°C de manière à éviter l'apparition de phase  $\zeta$  quelle que soit la durée de ce traitement (voir figure 1).

vanisation, la proportion de chrome est inférieure à 0,1% en poids et/ou la proportion de nickel est inférieure à 0,02% en poids.

- 5 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la durée de maintien à ladite température maximale est inférieure à une minute.
- 10 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que ladite température maximale est inférieure ou égale à 510°C.
- 15 6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que ladite température maximale est comprise entre 495°C et 505°C.

20

25

30

## Revendications

1. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier emboutissable sans interstitiel revêtue d'une couche galvanisée alliée, comprenant une étape de galvanisation par trempé de ladite tôle d'acier dans un bain à base de zinc et une seule étape de traitement thermique d'alliation de ladite tôle d'acier galvanisée, caractérisé en ce que :

35

- la température maximale atteinte par la bande lors dudit traitement est supérieure ou égale à 490°C,
- ladite température maximale et la durée de traitement sont limitées de manière à ce que la teneur moyenne en fer dans le revêtement allié obtenu ne dépasse pas 6 g/m<sup>2</sup>.

40

45

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que ledit bain est constitué essentiellement de zinc, d'aluminium à une teneur pondérale comprise entre 0,10 et 0,135%, de fer, optionnellement d'un agent de fleurage, et des impuretés résiduelles inévitables.

50

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que, après galvanisation et avant traitement thermique, dans la couche de gal-

55

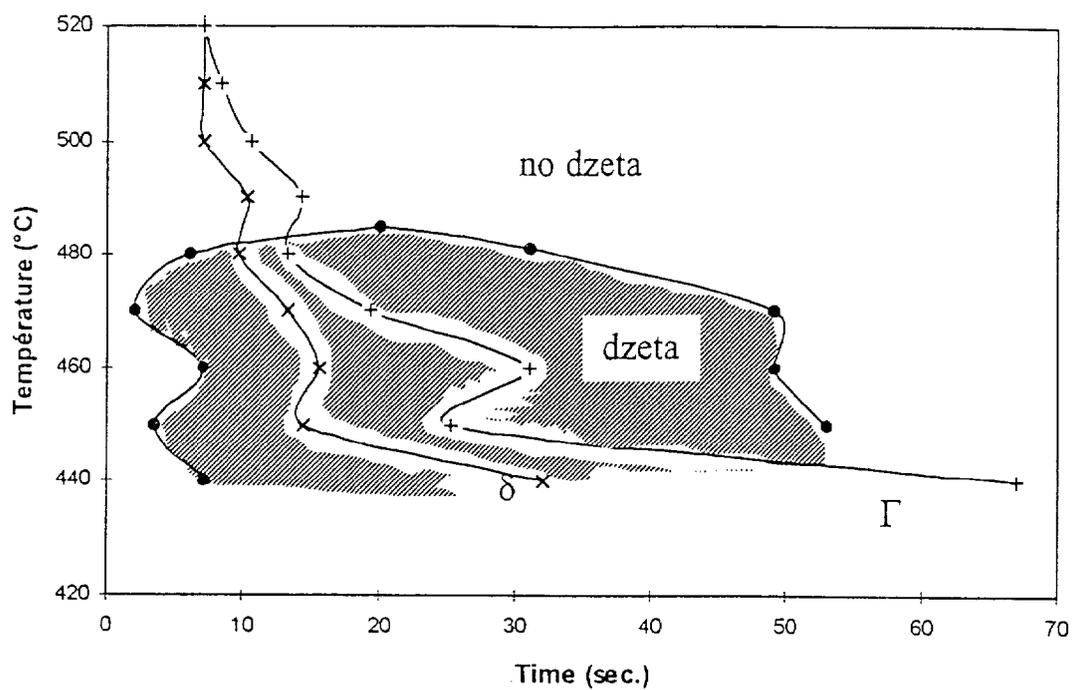


Fig.1

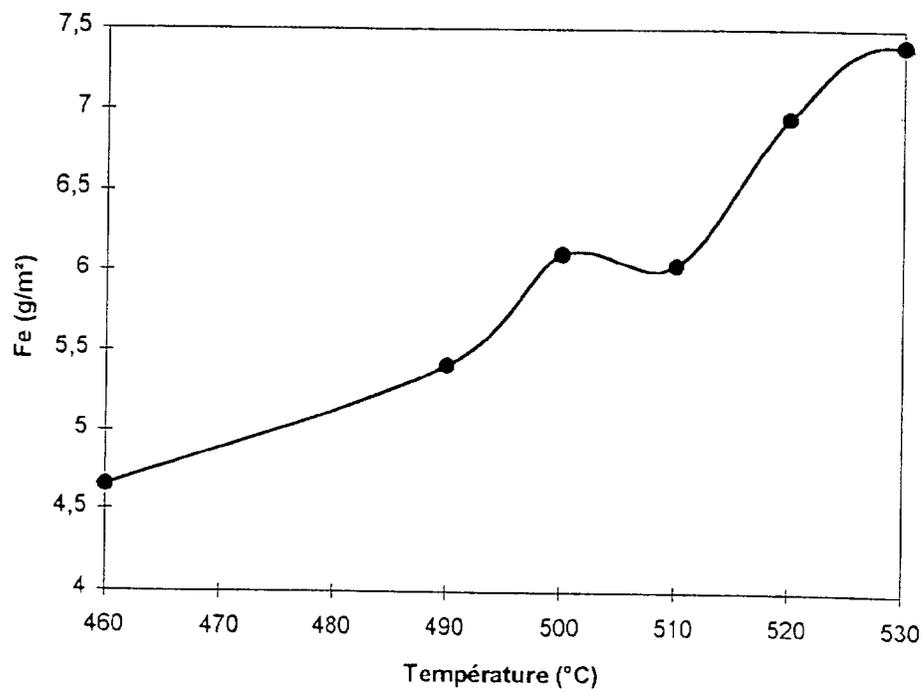


Fig.2

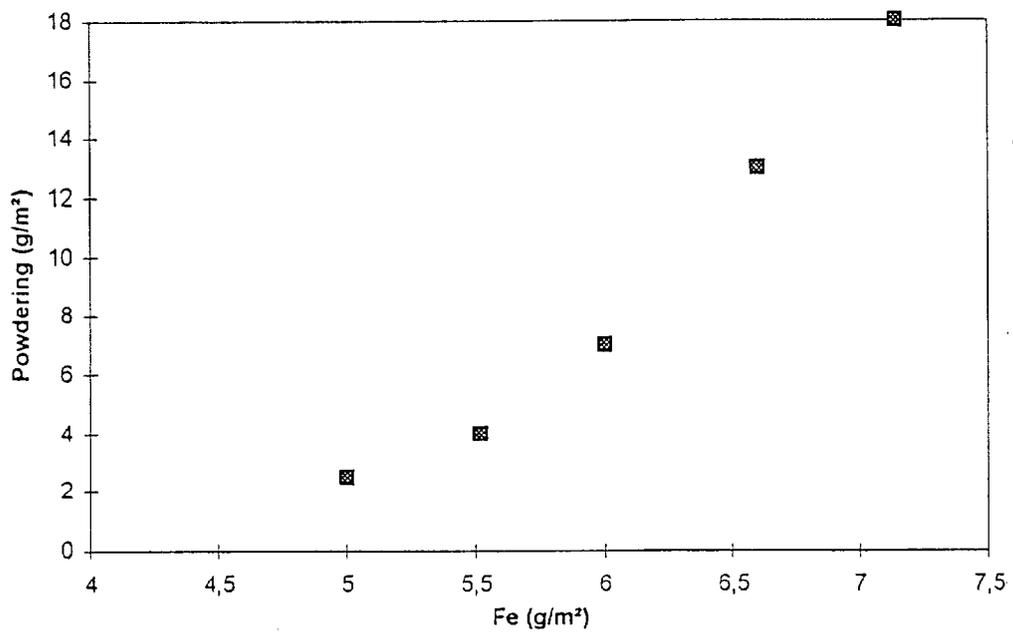


Fig.3



Office européen  
des brevets

**RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE**

Numéro de la demande  
EP 98 40 2165

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 040 (C-1155), 21 janvier 1994 & JP 05 263210 A (KOBE STEEL LTD), 12 octobre 1993 * abrégé *	1,4-6	C23C2/28
A,D	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 351 (C-1220), 4 juillet 1994 & JP 06 088192 A (NISSHIN STEEL CO LTD), 29 mars 1994 * abrégé *	1	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 097, no. 005, 30 mai 1997 & JP 09 013147 A (NIPPON STEEL CORP), 14 janvier 1997 * abrégé *	1	
A,D	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 168 (C-0932), 22 avril 1992 & JP 04 013855 A (NISSHIN STEEL CO LTD), 17 janvier 1992 * abrégé *	1,4-6	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C23C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		26 novembre 1998	Elsen, D
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)