



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
23.08.2000 Bulletin 2000/34

(51) Int Cl.7: **C23C 2/12**

(21) Numéro de dépôt: **00400358.8**

(22) Date de dépôt: **09.02.2000**

(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

• **Godin, Jean-Pierre**
60140 Mogneville (FR)
• **Lesueur, Eric**
60130 Saint Just en Chaussee (FR)

(30) Priorité: **18.02.1999 FR 9902050**

(71) Demandeur: **SOLLAC**
92800 Puteaux (FR)

(74) Mandataire: **Browaeys, Jean-Philippe**
USINOR,
Direction de la Propriété Industrielle,
Immeuble "La Pacific" - TSA 10001
F-92070 La Défense Cedex (FR)

(72) Inventeurs:
• **Guesdon, Philippe**
75018 Paris (FR)

(54) **Procédé d'alumiage d'acier permettant d'obtenir une couche d'alliage interfaciale de faible épaisseur**

(57) Procédé comprenant une étape dans laquelle on trempe la pièce d'acier dans un bain à base d'aluminium dont la composition et la température moyenne d'une part, la température d'immersion de la pièce d'autre part, sont adaptées pour obtenir, dans la zone d'immersion de la pièce, une température et une composition locales de bain permettant un équilibre avec la

phase solide dite $\theta \equiv \text{FeAl}_3$.

On trempe ainsi à une température supérieure aux températures usuelles et on obtient pourtant un revêtement présentant à l'interface avec l'acier une couche d'alliage de plus faible épaisseur que dans l'art antérieur.

Le revêtement obtenu résiste mieux à la mise en forme et à la corrosion.

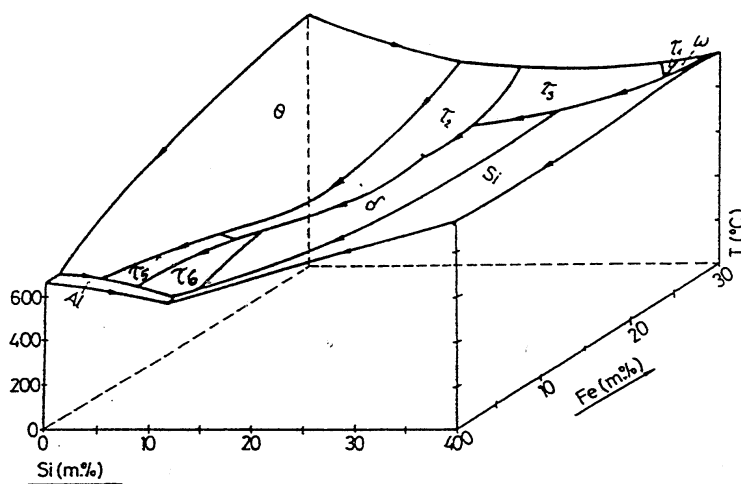


Fig.1

Description

[0001] L'invention concerne un procédé d'aluminage d'acier comprenant une étape de trempage de la pièce d'acier à revêtir dans un bain liquide contenant essentiellement de l'aluminium.

[0002] Lorsqu'on utilise ce procédé par trempage, le revêtement qu'on obtient sur l'acier est généralement stratifié en plusieurs couches, dont notamment :

- une couche interfaciale ou interne, au contact de l'acier, essentiellement composée d'un ou plusieurs alliages à base d'aluminium du bain et de fer de l'acier ; on l'appelle également couche alliée ;
- et une couche externe, généralement plus épaisse, comprenant essentiellement une phase principale à base d'aluminium.

[0003] La couche interne d'alliage ayant un comportement fragile, on cherche généralement à limiter son épaisseur.

[0004] Pour limiter l'épaisseur de cette couche d'alliage, on utilise généralement des bains de trempage contenant un inhibiteur d'alliation entre l'aluminium et l'acier.

[0005] Le silicium est l'inhibiteur d'alliation le plus couramment utilisé ; pour être efficace, sa concentration pondérale dans le bain de trempage est généralement comprise entre 3 et 13%.

[0006] Dans les procédés d'aluminage en continu, les bains de trempage sont saturés en fer, du fait de la dissolution de l'acier dans le bain ; cette saturation conduit à la formation bien connue de mattes ; le bain liquide est alors en équilibre avec la phase solide de ces mattes.

[0007] Dans les conditions habituelles d'aluminage, les deux couches principales déjà citées qui forment le revêtement aluminé peuvent alors être décrites plus précisément :

- la couche interfaciale alliée est essentiellement composée d'une phase dite τ_5 et/ou d'une phase dite τ_6 ; selon les conditions d'aluminage, elle peut se subdiviser en plusieurs sous-couches alliées, notamment dans le cas de l'invention exposée ci-après.
- la couche externe est essentiellement composée d'aluminium sous forme de larges dendrites ; ces dendrites sont saturées en fer, et, le cas échéant, en silicium en solution solide.

[0008] La phase τ_5 a une structure hexagonale et cristallise donc sous forme de grains globulaires ; elle est parfois appelée α_H ou H ; la teneur en fer de cette phase est généralement comprise entre 29 et 36% en poids ; la teneur en silicium de cette phase est généralement comprise entre 6 et 12% en poids ; le solde se compose essentiellement d'aluminium ; la composition chimique correspond approximativement à la formule $Fe_3Si_2Al_{12}$.

[0009] La phase τ_6 a une structure monoclinique et cristallise donc sous forme de grains plats et allongés ; elle est parfois appelée β ou M ; la teneur en fer de cette phase est généralement comprise entre 26 et 29% en poids ; la teneur en silicium de cette phase est généralement comprise entre 13 et 16% en poids ; le solde se compose essentiellement d'aluminium ; la composition chimique correspond approximativement à la formule $Fe_2Si_2Al_9$.

[0010] La figure 1 représente en trois dimensions, dans une partie du diagramme ternaire Al-Si-Fe, les variations - axe vertical - de la température d'équilibre d'une phase liquide avec différentes phases solides dénommées comme suit : $FeAl_3 \equiv \theta$, $Fe_3Si_2Al_{12} \equiv \tau_5$, $Fe_2Si_2Al_9 \equiv \tau_6$, $FeSiAl_3 \equiv \tau_2$, $FeSi_2Al_4 \equiv \delta$, Al $\equiv$ aluminium, Si $\equiv$ silicium, et d'autres phases moins importantes comme τ_3 , τ_4 .

[0011] La phase θ joue un rôle important dans l'invention présentée ci-après ; sa structure est monoclinique ; elle peut contenir jusqu'à 6% en poids de silicium en solution solide ; la composition chimique correspond donc approximativement à la formule $FeAl_3$.

[0012] Sur la figure 1, Si = 0% et Fe = 0% signifie Al = 100% ; cette figure permet donc d'établir la nature des phases solides qui sont susceptibles d'être en équilibre avec un bain d'aluminage à l'état liquide, en fonction de la composition de ce bain, et de connaître la température de ce bain à l'équilibre.

[0013] La figure 2 est une projection de la figure 1 ; on déduit approximativement la température d'équilibre liquide-solide à l'aide des courbes isothermes ; l'intervalle de température entre chaque courbe est de 20°C.

[0014] Le tableau I récapitule la composition possible des phases θ , τ_5 et τ_6 .

Tableau I -

Composition du bain et des principales phases obtenues après solidification du revêtement d'aluminium			
Composition : % massique	Al	Si	Fe
Bain	>86%	3 à 13%	saturation (ex. : 3%)
Eutectique	87	12,2	0,8

Tableau I - (suite)

Composition du bain et des principales phases obtenues après solidification du revêtement d'aluminium			
Composition : % massique	Al	Si	Fe
Phase τ_6	55 à 61	13 à 16	26 à 29
Phase τ_5	55 à 62	6 à 12	29 à 36
Phase θ	52 à 64	0 à 6%	36 à 42

[0015] On a fait figurer sur ce tableau I l'eutectique Al-Si-Fe dont la température de fusion est de 578°C.

[0016] La couche interne interfaciale du revêtement à base d'aluminium est donc fragile ; elle a donc tendance à se fissurer lors de la mise en forme des pièces aluminées, notamment des tôles ; ces fissurations entraînent une diminution de la protection contre la corrosion apportée par le revêtement ; pour obtenir des revêtements aluminés plus résistants à la fois à la mise en forme et à la corrosion, on cherche donc à limiter l'épaisseur de cette couche interfaciale.

[0017] L'invention a donc pour but, dans un procédé d'aluminage de ce type, de limiter l'épaisseur de la couche interfaciale.

[0018] Selon l'art antérieur, pour parvenir à ce but, on procède classiquement en respectant les deux conditions suivantes :

- 1- tremper la pièce d'acier à revêtir à une température aussi basse que possible, de manière à limiter la croissance de la couche d'alliage interfacial ;
- 2- utiliser un bain liquide d'aluminage dont la composition correspond, à l'équilibre liquide-solide, au domaine d'existence des phases solides τ_6 ou τ_5 .

[0019] La condition 2 conduit à utiliser des bains dont la teneur en silicium est supérieure à 7,5%, de préférence de l'ordre de 9% (voir figure 1 et 2).

[0020] Ainsi, selon le document EP 0 760 399 (NISSHIN STEEL) et plus particulièrement selon le document JP 4 176 854 - A (NIPPON STEEL), dans une procédé d'aluminage en continu de bande d'acier, il est conseillé d'immerger la bande à une température inférieure à la température moyenne du bain : ainsi, pour un bain contenant 9% de silicium dont la température est en général comprise entre 650 et 680°C, la température d'immersion de la bande sera au maximum de 640°C.

[0021] Le demandeur a déterminé des conditions différentes de celles de l'art antérieur qui permettent d'aboutir à une épaisseur sensiblement plus faible de couche interfaciale et qui vont à l'encontre des présupposés sous-jacents aux procédés classiques de l'art antérieur.

[0022] Dans le but d'obtenir une épaisseur de couche interfaciale encore plus faible pour que le revêtement aluminé résiste mieux à la fois à la corrosion et à la fissuration, l'invention a pour objet un procédé d'aluminage d'une pièce d'acier comprenant une étape dans laquelle on trempe la pièce dans un bain liquide à base d'aluminium, caractérisé en ce que la composition et la température moyenne de ce bain d'une part, la température d'immersion de cette pièce dans le bain d'autre part, sont adaptées pour obtenir, dans la zone d'immersion de cette pièce, une température et une composition locales de bain permettant un équilibre avec la phase solide dite θ dont la composition correspond approximativement à la formule chimique FeAl_3 .

[0023] L'invention peut également présenter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- la composition et la température moyenne de ce bain sont adaptées pour être en équilibre avec la phase dite τ_5 ou la phase dite τ_6 , de préférence avec la phase τ_6 .
- ce bain liquide est saturé en fer.
- la température d'immersion de cette pièce est supérieure à la température du bain.
- si la teneur en silicium dans le bain est de 8% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 700 et 740°C, de préférence égale à environ 720°C.
- si la teneur en silicium dans le bain est de 9% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 720 et 765°C, de préférence égale à environ 730°C.
- si la teneur en silicium dans le bain est de 9,5% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 740 et 760°C, de préférence égale à environ 740°C.

[0024] L'invention a également pour objet une tôle d'acier aluminée dont le revêtement aluminé comprend une couche d'alliage Al-Fe-Si et une couche superficielle d'aluminium, susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'invention, caractérisé en ce que ladite couche d'alliage comprend, au contact du substrat d'acier, une sous-couche

composée essentiellement de phase θ .

[0025] De préférence, l'épaisseur de cette couche alliée est inférieure ou égale à 3 μm .

[0026] 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 :

- la figure 1 représente, en trois dimensions, dans une partie du diagramme ternaire Al-Si-Fe, les variations - axe vertical gradué en $^{\circ}\text{C}$ - de la température d'équilibre d'une phase liquide avec différentes phases solides d'aluminium, de silicium ou d'alliages Al-Si-Fe ; sur les axes horizontaux, sont reportés le pourcentage pondéral en Si d'une part (de 0 à 40%), et le pourcentage pondéral en Fe d'autre part (de 0 à 30%), le complément du ternaire étant de l'aluminium.
- la figure 2 est une projection de la figure 1, où les températures d'équilibre liquide-solide sont représentées à l'aide de courbes isothermes distantes de 20°C ; l'axe horizontal représente le pourcentage pondéral en silicium (« weight percentage silicon » en langue anglaise) gradué de 0 à 20%, l'axe oblique gauche représente le pourcentage pondéral en fer (« weight percentage iron » en langue anglaise) gradué de 0 à 14%, le complément du ternaire étant de l'aluminium (Al).

[0027] On va maintenant décrire le procédé d'aluminiage selon l'invention dans le cadre du revêtement en continu d'une bande d'acier.

[0028] L'installation d'aluminiage comporte d'une manière classique des moyens de nettoyage, des moyens de recuit, des moyens de trempage dans un bain d'aluminiage, des moyens d'essorage de la couche à base d'aluminium entraînée par la bande à la sortie du bain, des moyens de refroidissement et des moyens pour faire défiler la bande en continu dans l'installation.

[0029] Pour procéder à l'aluminiage, on utilise, comme dans l'art antérieur, un bain dont la composition correspond au domaine d'existence de la phase τ_6 ou τ_5 (condition 2 ci-dessus).

[0030] Selon l'invention, la température de la bande au moment où elle rentre dans le bain, ou température d'immersion de la bande, est supérieure à la température moyenne du bain.

[0031] Comme la bande pénètre alors dans le bain à une température supérieure à celle de l'équilibre avec la phase τ_6 ou τ_5 , elle provoque un échauffement local du bain dans la zone d'immersion de la bande ; cet échauffement local entraîne une dissolution de ferrite superficielle de la bande et un enrichissement en fer de la zone d'immersion.

[0032] Selon l'invention, la température et l'enrichissement en fer de la zone d'immersion doivent être suffisamment élevées pour que, dans cette zone, la phase solide susceptible d'être en équilibre avec la phase liquide corresponde à la phase $\theta \equiv \text{FeAl}_3$; de la sorte, dans la zone d'immersion, la première sous-couche solide se déposant sur la bande d'acier correspond à la phase $\text{FeAl}_3 \equiv \theta$.

[0033] Ainsi, la zone d'immersion est donc une zone du bain qui est, localement, en équilibre avec la phase θ ; cette zone d'immersion correspond à une zone qui s'étend :

- en épaisseur, jusqu'à une distance de 30 μm environ de la surface de la bande
- en longueur, le long de la bande, entre, d'une part, le niveau de début de contact direct entre la surface solide de l'acier et le bain liquide et, d'autre part, le niveau où commence à se solidifier une couche interfaciale classique composée de phase τ_5 ou τ_6 par dessus la première sous-couche de phase θ propre à l'invention.

[0034] Ainsi, en poursuivant sa progression dans le bain après la zone d'immersion, la bande se refroidit jusqu'à la température moyenne du bain qui correspond à la température d'équilibre avec la phase solide τ_5 ou τ_6 ; ainsi, sur la première sous-couche de phase θ , se forme alors la couche interfaciale classique principale de l'art antérieur, composée de phase τ_5 ou τ_6 .

[0035] En sortie de bain, d'une manière classique, la bande en défilement entraîne une couche qui est essorée et se solidifie au refroidissement ; on obtient alors la bande aluminée selon l'invention dont la couche alliée interfaciale comprend, au contact de l'acier, une sous-couche essentiellement composée de phase θ .

[0036] Au niveau du procédé, la caractéristique principale de l'invention porte sur une température d'immersion de bande à la fois :

- suffisamment élevée pour que le premier composé solide à se former au contact de l'acier cristallise selon la phase θ ,
- suffisamment faible pour limiter l'épaisseur de la couche alliée interfaciale.

[0037] Alors que les températures d'immersion selon l'invention sont largement supérieures à celles que l'on pratique dans l'art antérieur lorsqu'on souhaite limiter l'épaisseur de la couche alliée interfaciale, on constate, contre toute attente, que la couche interfaciale alliée obtenue présente une épaisseur beaucoup plus faible que dans l'art antérieur.

[0038] La bande aluminée selon l'invention résiste par conséquent beaucoup mieux à la fois à la corrosion et à la fissuration.

[0039] Sans vouloir se limiter à aucune explication définitive de l'invention, il semblerait que, parmi les phases alliées, la phase θ soit la plus rapide à pouvoir se former sur la bande en début d'immersion, que cette formation rapide permet

de limiter la quantité de ferrite qui passe en solution dans le bain, ce qui limite également l'épaisseur de la couche alliée. [0040] Par rapport à l'enseignement du document EP 0 760 399 déjà cité, selon lequel il convient de raccourcir la durée d'immersion et/ou la durée entre la sortie du bain et la fin de solidification du revêtement, l'invention ajoute une condition adaptée pour former en priorité la phase θ sur le substrat.

[0041] L'invention est applicable aux tôles à froid et aux tôles à chaud, à tous les types d'acier aluminisables au trempé :

- aciers au carbone de type IF (voir exemple 1), aciers calmés aluminium, microalliés ou multiphasés comme les aciers dits « Dual Phase », ou « TRIPS » ;
- aciers ferritiques comprenant entre 0,5% et 20% en poids de chrome, notamment les aciers inoxydables comprenant généralement entre 6% et 20% de chrome.

[0042] Les aciers utilisables peuvent aussi contenir des éléments d'alliage comme Ti entre 0,1% et 1% en poids, et Al entre 0,01% et 0,1% en poids, par exemple l'acier inoxydable ferritique référencé AISI 409 ; d'autres éléments d'addition adaptés à des propriétés recherchées et/ou d'autres éléments résiduels peuvent être présents dans ces aciers ; lorsque l'acier contient ces éléments d'alliage, d'addition et/ou résiduels, le revêtement obtenu sur la tôle est généralement enrichi en ces éléments.

[0043] Dans le cas de l'aluminage d'un acier contenant au moins 0,5% en poids de chrome, l'invention permet de limiter, au sein de la couche superficielle à base d'aluminium du revêtement, l'apparition de phases enrichies en chrome ; ces phases sont apparentées à la phase $\tau 5$ déjà décrite, contiennent la même proportion de Si que cette phase $\tau 5$, contiennent plus de 5% en poids de chrome, généralement entre 6% et 17% de chrome ; la présence de cette phase dans la couche superficielle du revêtement est préjudiciable à la qualité du revêtement ; l'invention permet de limiter sinon de supprimer cette phase dans la couche superficielle du revêtement.

[0044] Avantagusement, dans le procédé d'aluminage selon l'invention, comme la bande à revêtir est à une température supérieure à celle du bain, on peut se servir de la bande pour réchauffer le bain, pour compenser les pertes thermiques du bain, pour maintenir le bain à la température souhaitée.

[0045] En termes de bilan énergétique, ce procédé est avantageux, puisque dans la succession des étapes par lesquelles passe la bande - recuit, refroidissement à la température d'immersion, trempé, essorage, refroidissement pour solidification - on effectue un refroidissement après recuit moins important que dans l'art antérieur.

[0046] De préférence, pour mettre en oeuvre le procédé, on utilise un bain dont la composition et la température moyenne sont adaptées pour être en équilibre avec la phase $\tau 6$; on constate que les mattes qui résultent de ces bains sont moins gênantes au niveau de la qualité du revêtement obtenu que les mattes qui résultent d'autres bains, notamment ceux dont la composition et la température moyenne sont adaptées pour être en équilibre avec la phase $\tau 5$.

[0047] Pour procéder selon cette variante, il suffit, selon les indications fournies par la figure 2, d'augmenter la teneur en silicium et/ou d'abaisser la température moyenne du bain.

[0048] Pour la mise en oeuvre de l'invention, on se basera sur les diagrammes de phase correspondant à la nuance d'acier utilisée, car les frontières entre les domaines d'existence de phases représentés sur les diagrammes des figures 1 et 2 peuvent varier selon la nuance d'acier utilisé, par exemple selon la teneur en chrome.

[0049] Les exemples suivants illustrent l'invention.

Exemple 1 :

[0050] Cet exemple a pour but d'illustrer l'invention dans le cas de l'aluminage en continu d'une bande d'acier de nuance IF-Ti (« IF » signifie « Interstitial Free » en langue anglaise, « Ti » signifie que le carbone de l'acier est bloqué par du titane) dans un bain d'aluminage classique saturé en fer, contenant 9% en poids de silicium et maintenu à la température moyenne de 675°C environ.

[0051] Dans ces conditions, le bain se saturant naturellement en fer jusqu'à l'apparition de mattes solides, la phase liquide du bain est en équilibre avec la phase solide $\tau 5 \equiv \text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$.

[0052] Sur cette bande d'acier, on procède à différents essais d'aluminage dans des conditions en tous points identiques sauf la température d'immersion de la bande ; la durée cumulée de l'immersion dans le bain et de la solidification du revêtement est de l'ordre de 13 secondes.

[0053] Sur les échantillons aluminés obtenus, on évalue, d'une manière classique, l'épaisseur de la couche interfaciale alliée du revêtement ; on procède par exemple par observations métallographiques sur des coupes de ces échantillons.

[0054] Le tableau II récapitule les résultats obtenus en fonction de la température d'immersion.

Tableau II -

Épaisseur en fonction de la température de bande à l'immersion.					
Température de bande:	675°C	720°C	730°C	750°C	765°C
Épaisseur de la couche alliée (µm)	5-6	6-7	2-3	4-5	7

[0055] Sur la base des enseignements de l'art antérieur, en vue d'obtenir une épaisseur de couche interfaciale alliée aussi faible que possible, on aurait trempé la bande à une température inférieure ou égale à 675°C (= température du bain).

[0056] Selon l'invention illustrée par ces résultats, en vue du même objectif, il convient au contraire de tremper la bande à une température supérieure à 720°C et inférieure 765°C, de préférence de l'ordre de 730°C.

[0057] En se reportant aux figures 1 et 2, on vérifie bien que, pour cette teneur en silicium (9%), cette plage de température correspond bien au domaine d'équilibre du bain saturé en fer avec la phase solide θ .

[0058] Lorsque l'on procède dans cette plage de température, notamment à 730°C, en sortie d'aluminage, on obtient alors une tôle revêtue dont la couche alliée interfaciale présente une sous-couche composée essentiellement de phase θ directement en contact avec l'acier, le reste de la couche alliée comprenant essentiellement de la phase τ_5 comme dans l'art antérieur; globalement, l'épaisseur totale de la couche alliée est beaucoup plus faible que dans l'art antérieur puisque l'on parvient, selon les résultats ci-dessus, à une épaisseur moyenne inférieure ou égale à 3 µm.

Exemple 2 :

[0059] On procède comme dans l'exemple 1 à la différence près que le bain contient cette fois 8 % en poids de silicium et que sa température est maintenue à environ 650°C; la durée cumulée de l'immersion dans le bain et de la solidification du revêtement est cette fois de l'ordre de 11 secondes.

[0060] Le tableau III récapitule les résultats obtenus en fonction de la température d'immersion.

Tableau III -

Épaisseur en fonction de la température de bande à l'immersion.					
Température de bande :	650°C	680°C	720°C	730°C	740°C
Épaisseur de la couche alliée (µm)	4	5	2-3	3	>3

[0061] On constate cette fois que la température optimale d'immersion est comprise entre 680°C et 740°C, de préférence proche de 720°C; selon la figure 2, pour atteindre le domaine d'existence de la phase θ , il conviendrait que la température soit supérieure ou égale à 700°C environ; le domaine de température privilégié correspondrait donc à la plage 700-740°C.

Exemple 3 :

[0062] On procède comme dans l'exemple 1 à la différence près que le bain contient cette fois 9,5 % en poids de silicium et que sa température est maintenue à environ 650°C; la durée cumulée de l'immersion dans le bain et de la solidification du revêtement est cette fois de l'ordre de 10 secondes.

[0063] Le tableau IV récapitule les résultats obtenus en fonction de la température d'immersion.

Tableau IV -

Épaisseur en fonction de la température de bande à l'immersion.						
Température de bande (°C)	650	700	715	740	750	760
Épaisseur de la couche alliée (µm)	5-6	5-6	7	3	5	7-8

[0064] On constate cette fois que la température optimale d'immersion est comprise entre 715°C et 760°C, de préférence proche de 740°C; selon la figure 2, pour atteindre le domaine d'existence de la phase θ , il conviendrait que la température soit supérieure ou égale à 740°C environ; le domaine de température privilégié correspondrait donc à la plage 740-760°C.

[0065] Le tableau V reprend les conclusions des exemples 1 à 3.

Tableau V -

Température d'immersion en fonction de la teneur Si dans le bain.			
Teneur en Si dans bain :	8%	9%	9,5%
Domaine pratique de température d'immersion (°C) :	700-740	720-765	740-760
Température optimale :	720°C	730°C	740°C

Revendications

- Procédé d'aluminage d'une pièce d'acier comprenant une étape dans laquelle on trempe la pièce dans un bain liquide à base d'aluminium, caractérisé en ce que la composition et la température moyenne de ce bain d'une part, la température d'immersion de cette pièce dans le bain d'autre part, sont adaptées pour obtenir, dans la zone d'immersion de cette pièce, une température et une composition locales de bain permettant un équilibre avec la phase solide dite θ dont la composition correspond approximativement à la formule chimique FeAl_3 .
- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la composition et la température moyenne de ce bain sont adaptées pour être en équilibre avec la phase dite τ_5 ou la phase dite τ_6 .
- Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que ladite zone d'immersion s'étend :
 - en épaisseur, jusqu'à une distance de 30 μm environ de la surface de la dite pièce,
 - en longueur, le long de la surface de ladite pièce, entre, d'une part, le début du contact direct entre l'acier de ladite surface et le bain liquide et, d'autre part, le début de la solidification d'une couche interfaciale composée de phase τ_5 ou τ_6 .
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 3, caractérisé en ce que la composition et la température moyenne de ce bain sont adaptées pour être en équilibre avec la phase τ_6 .
- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que ce bain liquide est saturé en fer.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la température d'immersion de cette pièce est supérieure à la température du bain.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, si la teneur en silicium dans le bain est de 8% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 700 et 740°C, de préférence égale à environ 720°C.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, si la teneur en silicium dans le bain est de 9% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 720 et 765°C, de préférence égale à environ 730°C.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, si la teneur en silicium dans le bain est de 9,5% environ, ladite température d'immersion est comprise entre 740 et 760°C, de préférence égale à environ 740°C.
- Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour l'aluminage d'une pièce d'acier au carbone.
- Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 pour l'aluminage d'une pièce d'acier inoxydable.
- Tôle d'acier aluminée dont le revêtement aluminé comprend une couche d'alliage Al-Fe-Si et une couche superficielle à base d'aluminium, susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que ladite couche d'alliage comprend, au contact du substrat d'acier, une sous-couche

EP 1 029 940 A1

composée essentiellement de phase θ .

13. Tôle selon la revendication 12 caractérisé en ce que l'épaisseur de la couche alliée est inférieure ou égale à $3\text{ }\mu\text{m}$.

5 **14.** Tôle selon l'une quelconque des revendications 12 à 13 caractérisé en ce que ledit acier est un acier au carbone.

15. Tôle selon l'une quelconque des revendications 12 à 13 caractérisé en ce que ledit acier est un acier inoxydable.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

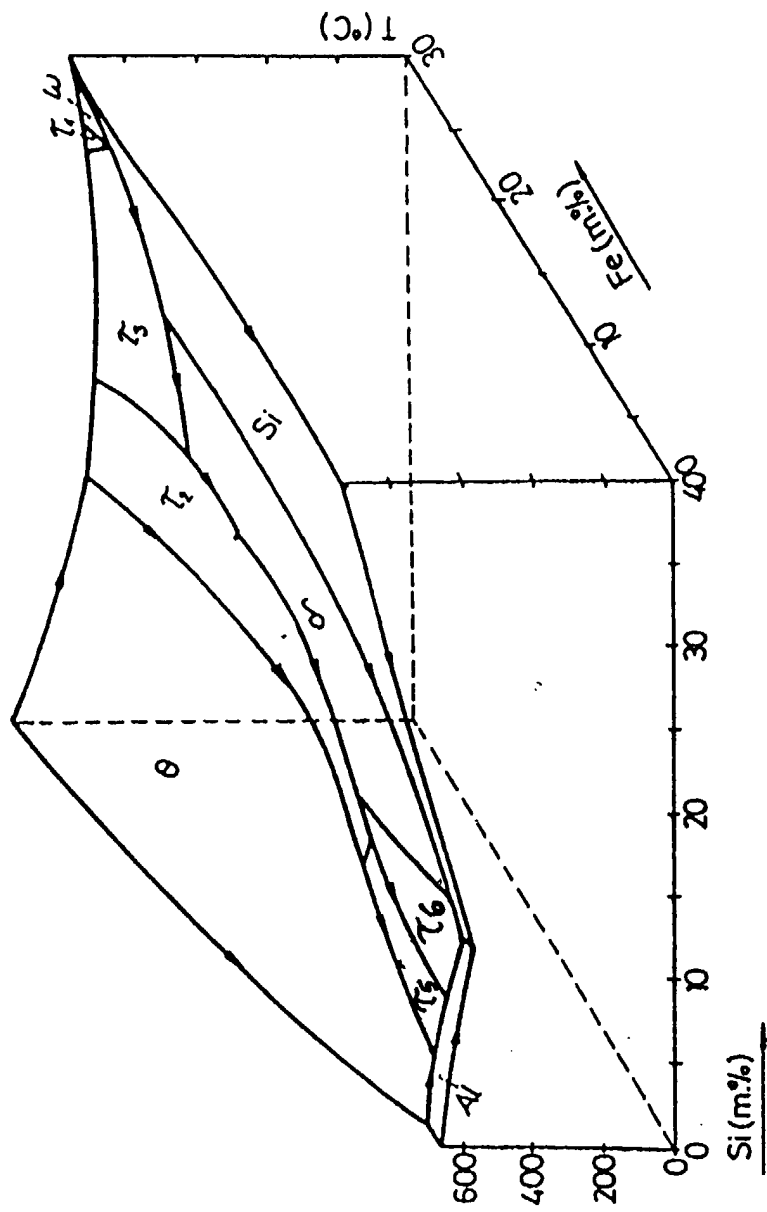


Fig.1

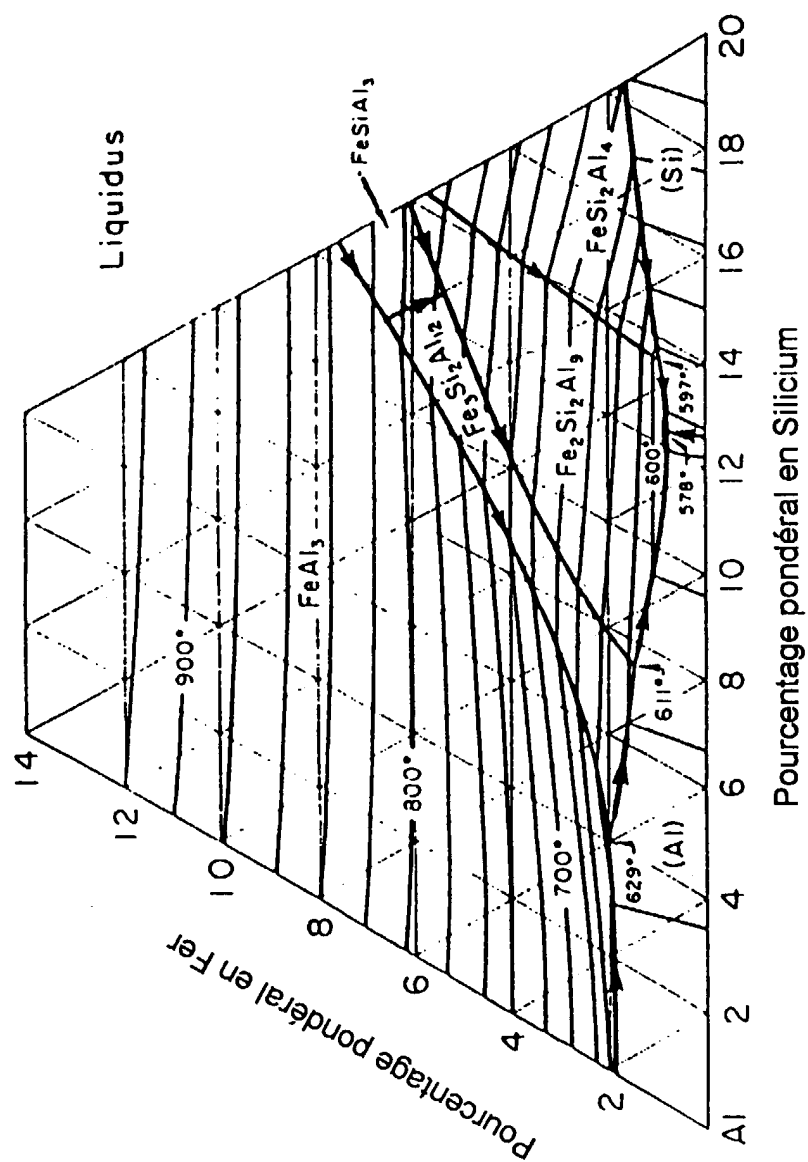


Fig.2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 00 40 0358

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.7)
A	US 2 235 729 A (MATTHEW SCHON) 18 mars 1941 (1941-03-18) * page 1, colonne 1, ligne 37 - page 2, colonne 1, ligne 30 * ---	1	C23C2/12
A	US 1 409 017 A (ANSELMO ORTIZ) 7 mars 1922 (1922-03-07) * page 2, ligne 54 - ligne 130; revendication 15 * ---	1	
A	US 5 447 754 A (JOSEPH C. JASPER) 5 septembre 1995 (1995-09-05) * revendication 1 * ---	1,6,11	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 003, no. 079 (C-051), 6 juillet 1979 (1979-07-06) & JP 54 053632 A (KOBE STEEL LTD), 27 avril 1979 (1979-04-27) * abrégé * ---	1	
A	EP 0 496 678 A (DELOT PROCESS) 29 juillet 1992 (1992-07-29) * page 3, ligne 20 - ligne 23 * * page 4, ligne 14 - ligne 20; revendication 1 * ---	1,6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7) C23C
A	US 3 058 206 A (EDWN J. METS) 6 octobre 1962 (1962-10-06) * colonne 4, ligne 17 - ligne 24; revendications 1-10 * ---	5	
A	FR 1 456 754 A (SOCIETE D'ELECTROCHEMIE, D'ELECTROMETALLURGIE ET DES ACIERIES ELECTRIQ.) 12 janvier 1967 (1967-01-12) * revendication 2 * ---	5	
		-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 16 mai 2000	Examineur 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)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 00 40 0358

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
A,D	EP 0 760 399 A (NISSHIN STEEL) 5 mars 1997 (1997-03-05) -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 16 mai 2000	Examineur 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)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 00 40 0358

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

16-05-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2235729 A	18-03-1941	AUCUN	
US 1409017 A	07-03-1922	AUCUN	
US 5447754 A	05-09-1995	AT 177160 T	15-03-1999
		AU 687989 B	05-03-1998
		AU 1650495 A	26-10-1995
		BR 9501598 A	14-11-1995
		CA 2146107 A	20-10-1995
		CN 1118019 A	06-03-1996
		DE 69507977 D	08-04-1999
		DE 69507977 T	01-07-1999
		EP 0678588 A	25-10-1995
		ES 2127958 T	01-05-1999
		JP 2708390 B	04-02-1998
		JP 7286252 A	31-10-1995
		US 5591531 A	07-01-1997
		ZA 9502686 A	16-02-1996
JP 54053632 A	27-04-1979	AUCUN	
EP 496678 A	29-07-1992	FR 2671809 A	24-07-1992
US 3058206 A	06-10-1962	AUCUN	
FR 1456754 A	12-01-1967	AUCUN	
EP 760399 A	05-03-1997	AU 696546 B	10-09-1998
		AU 4634196 A	11-09-1996
		US 6017643 A	25-01-2000
		CN 1145645 A	19-03-1997
		WO 9626301 A	29-08-1996

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82