

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
1 septembre 2011 (01.09.2011)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2011/104443 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C21D 1/673 (2006.01) C23C 2/12 (2006.01)
C21D 8/04 (2006.01) C23C 2/28 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2010/000174

(22) Date de dépôt international :

24 février 2010 (24.02.2010)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
**ARCELORMITTAL INVESTIGACIÓN Y
DESARROLLO SL** [ES/ES]; CL/Chavarri, 6, ES-48910
Sestao, Bizkaia (ES).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **DRILLET,
Pascal** [FR/FR]; 9 Chemin de Banauvignes, F-57160
Rozerieulles (FR). **FERRARI, Isabelle** [FR/FR]; 17 rue
de Metz, F-57300 Ay sur Moselle (FR). **VETA, Marcello**
[FR/FR]; 7, les Horgnes, F-08210 Mouzon (FR).

(74) Mandataire : **PLAISANT, Sophie**; ArcelorMittal
France, Research and Development Intellectual Property,
1-5, rue Luigi Cherubini, F-93200 Saint-Denis (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,
CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD,
SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR MAKING A PART FROM A METAL SHEET COATED WITH ALUMINIUM OR AN ALUMINIUM ALLOY

(54) Titre : PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UNE PIÈCE A PARTIR D'UNE TÔLE REVÊTUE D'ALUMINIUM OU D'ALLIAGE D'ALUMINIUM

(57) Abstract : The invention relates to a method for making a steel part coated with an aluminium alloy or aluminium-based alloy that includes the following steps in the following order: supplying a hot-rolled or cold-rolled steel sheet consisting of a steel substrate and an aluminium or aluminium-based alloy pre-coating; applying a thermal pre-processing to the sheet at a temperature θ_1 for a holding duration t_1 so that the pre-coating does not contain any free aluminium with a phase τ_5 of the type $Fe_3Si_2Al_{12}$ and T_6 of the type $Fe_2Si_2Al_9$, and so as to prevent an austenitic conversion in said steel substrate, the pre-processing being carried out in a furnace in a hydrogen or nitrogen atmosphere in order to obtain a pre-alloyed sheet; and cooling said pre-alloyed sheet so as to obtain a pre-alloyed and cooled sheet. The pre-alloyed and cooled sheet is cut so as to obtain a blank that is heated at a rate V_c up to a temperature θ_2 for a duration t_2 so as to obtain by alloying between the steel substrate and the pre-coating, an alloyed coating consisting on the entire thickness thereof of inter-metal phases of the Fe_xAl_i type optionally containing silicon in solid solution, and so as to impart a partially or totally austenitic structure to the steel. The blank is hot-stamped so as to obtain a part, and the latter is cooled under conditions suitable for imparting the desired mechanical properties to the steel part.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication d'une pièce en acier revêtue d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, comprenant les étapes successives et dans cet ordre selon lesquelles on approvisionne une tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid constituée d'un substrat en acier et d'un pré-revêtement d'aluminium ou d'un alliage à base d'aluminium, puis on effectue un pré-traitement thermique de la tôle à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 , de façon à ce que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $Fe_3Si_2Al_{12}$, et τ_6 du type $Fe_2Si_2Al_9$, et de façon à ne pas provoquer de transformation austénitique dans ledit substrat d'acier, le pré-traitement étant réalisé en four sous atmosphère d'hydrogène et d'azote, obtenant ainsi une tôle pré-alliée, puis on refroidit la tôle pré-alliée pour obtenir une tôle pré-alliée et refroidie. On découpe la tôle pré-alliée et refroidie pour obtenir un flan qu'on chauffe avec une vitesse V_c à une température θ_2 pendant une durée t_2

[Suite sur la page suivante]

WO 2011/104443 A1



₂ de manière à obtenir, par alliation entre le substrat en acier et le pré-revêtement, un revêtement allié constitué sur toute son épaisseur de phases intermétalliques du type Fe_xAl_y comprenant éventuellement du silicium en solution solide, et de manière à conférer une structure partiellement ou totalement austénitique à l'acier. On emboutit à chaud le flan pour obtenir une pièce, puis on refroidit celle-ci dans des conditions propres à conférer les caractéristiques mécaniques visées pour la pièce d'acier.

PROCEDE DE FABRICATION D'UNE PIECE A PARTIR D'UNE TÔLE REVÊTUE D'ALUMINIUM OU D'ALLIAGE D'ALUMINIUM

5 L'invention concerne un procédé de fabrication à haute productivité de pièces d'acier revêtu d'aluminium ou d'alliage d'aluminium présentant des caractéristiques mécaniques élevées ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion.

Pour certaines applications, on cherche à réaliser des pièces en acier
10 combinant une résistance mécanique élevée, une grande résistance aux chocs et une bonne tenue à la corrosion. Ce type de combinaison est particulièrement désirable dans l'industrie automobile où l'on recherche un allègement significatif des véhicules. Ceci peut être notamment obtenu grâce à l'utilisation de pièces d'aciers à très hautes caractéristiques mécaniques
15 dont la microstructure est martensitique ou bainito-martensitique. Des pièces anti-intrusion, de structure ou participant à la sécurité des véhicules automobiles telles que : traverses de pare-choc, renforts de portière ou de pied milieu, bras de roue, nécessitent par exemple les qualités mentionnées ci-dessus.

20 Le brevet EP0971044 divulgue ainsi une tôle d'acier laminée à chaud, revêtue d'aluminium ou d'un alliage d'aluminium, dont la composition comprend en teneur pondérale : 0,15-0,5%C, 0,5-3%Mn, 0,1-0,5%Si, 0,011%Cr, $Ti < 0,2\%$, $Al < 0,1\%$, $P < 0,1\%$, $S < 0,05\%$, $0,0005\% < B < 0,08\%$, le reste étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration. Cette tôle
25 revêtue d'aluminium est chauffée à une température supérieure à A_{c1} , emboutie à chaud de manière à réaliser une pièce, celle-ci étant refroidie rapidement de façon à obtenir une structure martensitique ou martensito-bainitique. On obtient par exemple de la sorte une résistance mécanique supérieure à 1500MPa. Lors du chauffage, le revêtement d'aluminium s'allie
30 au fer, et se transforme en un composé présentant une grande dureté. En comparaison avec un procédé d'emboutissage à chaud à partir de tôle nues, c'est-à-dire sans pré-revêtement d'aluminium, la présence du composé procure une protection vis-à-vis de la décarburation lors du chauffage en four.

On s'affranchit également de la nécessité de grenailler ou de sabler ultérieurement les pièces pour éliminer la couche superficielle irrégulière qui se forme par oxydation en four.

Le brevet WO2009090555 décrit un procédé de fabrication de pièces dans lequel on approvisionne une tôle revêtue d'aluminium ou d'un alliage d'aluminium que l'on découpe pour obtenir un flan. On chauffe ce flan dans un four à une température et pendant un temps définis en fonction de l'épaisseur du produit, à une vitesse de chauffage entre 20 and 700°C comprise entre 4 et 12°C/s et une vitesse de chauffage entre 500 and 700°C comprise entre 1,5 and 6° C/s. On emboutit ce flan chauffé que l'on refroidit jusqu'à 400°C avec une vitesse moyenne supérieure à 30°C/s. Ce procédé de fabrication permet la fabrication de pièces aisément soudables par résistance par point. Ce procédé est cependant limité en productivité puisque la vitesse de chauffage entre 500 et 700°C est limitée à 6°C/s. On recherche donc à augmenter la productivité, sans que la qualité des pièces obtenues ne soit diminuée.

Dans le cas d'une vitesse de chauffage extrêmement élevée, il existe un risque de fusion du pré-revêtement qui peut polluer et endommager les rouleaux sur lesquels circulent les flans dans les fours.

Par ailleurs, dans certaines circonstances, le chauffage dans les fours peut conduire à une adsorption de l'hydrogène dans les flans, accroissant un risque éventuel de fissuration. Ce risque est accru dans le cas de la mise en œuvre de nuances pour pièces à résistance mécanique extrêmement élevée. D'autre part, les tôles aluminées livrées par le sidérurgiste font l'objet d'un certain nombre d'opérations telles que bobinage, débobinage, découpe. Ces opérations qui impliquent une déformation mécanique peuvent éventuellement conduire à une dégradation localisée du pré-revêtement d'aluminium sous forme de poudrage ou d'écaillage. On cherche à limiter ou à éliminer ce phénomène qui cause une nuisance industrielle. De plus, cette dégradation du pré-revêtement peut avoir des conséquences néfastes vis-à-vis de l'emboutissage à chaud ultérieur.

La présente invention a pour but de résoudre les problèmes évoqués ci-dessus. Elle vise en particulier à mettre à disposition un procédé de

fabrication d'une pièce à caractéristiques de résistance et/ou d'allongement élevées, dans des conditions de productivité avantageuses.

Elle vise encore à mettre à disposition un procédé de fabrication d'une pièce avec un revêtement adhérent résistant à la corrosion.

- 5 Elle vise également à mettre à disposition un procédé permettant d'éviter une éventuelle dégradation du pré-revêtement lors des opérations mécaniques précédant le chauffage avant l'emboutissage à chaud.

Elle vise aussi à mettre à disposition un procédé permettant de découper aisément les tôles sous forme de flans, avant leur emboutissage à chaud.

- 10 Elle vise encore à mettre à disposition un procédé permettant la fabrication de pièces très peu sensibles au phénomène de fissuration par l'hydrogène.

Dans ce but, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une pièce en acier revêtue d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, comprenant les étapes successives et dans cet ordre selon lesquelles :

- 15 - on approvisionne une tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid constituée d'un substrat en acier et d'un pré-revêtement d'aluminium ou d'un alliage à base d'aluminium, puis
- on effectue un pré-traitement thermique de ladite tôle à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 , de façon à ce que le pré-revêtement
- 20 ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$, et τ_6 du type $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$, et de façon à ne pas provoquer de transformation austénitique dans le substrat d'acier, le pré-traitement étant réalisé en four sous atmosphère d'hydrogène et d'azote, obtenant ainsi une tôle pré-alliée, puis
- 25 - on refroidit la tôle pré-alliée pour obtenir une tôle pré-alliée et refroidie, puis
- on découpe la tôle pré-alliée et refroidie pour obtenir un flan, puis
- on chauffe le flan avec une vitesse V_C à une température θ_2 et on maintient le flan pendant une durée t_2 de manière à obtenir, par alliation
- 30 entre le substrat en acier et le pré-revêtement, un revêtement allié constitué sur toute son épaisseur de phases intermétalliques du type Fe_xAl_y comprenant éventuellement du silicium en solution solide, et de manière à conférer une structure partiellement ou totalement austénitique

à l'acier, puis

- on emboutit à chaud le flan pour obtenir une pièce, puis
- on refroidit la pièce dans des conditions propres à conférer les caractéristiques mécaniques visées pour la pièce d'acier.

5 Préférentiellement, le prérevêtement de la tôle pré-alliée et refroidie comprend une phase intermétallique FeAl_3 et optionnellement au moins une phase intermétallique choisie parmi FeAl , Fe_2Al_5 , ou τ_2 du type $\text{Fe}_6\text{Al}_{12}\text{Si}_5$.

La proportion surfacique de la phase intermétallique FeAl_3 dans le pré-revêtement de ladite tôle pré-alliée et refroidie, est avantageusement
10 supérieure ou égale à 50%.

La tôle pré-alliée et refroidie a préférentiellement une teneur en hydrogène diffusif inférieure à 0,05ppm.

Selon un mode préféré, la composition de la tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,15\% \leq \text{C} \leq 0,5\%$, $0,5\% \leq \text{Mn} \leq 3\%$, $0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,5\%$, $0,01\% \leq \text{Cr} \leq 1\%$, $\text{Ti} \leq 0,2\%$, $\text{Al} \leq 0,1\%$, $\text{S} \leq 0,05\%$, $\text{P} \leq 0,1\%$, $0,0005\% \leq \text{B} \leq 0,010\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

La composition de la tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend préférentiellement, les teneurs étant exprimées en poids : $0,15\% \leq \text{C} \leq 0,25\%$, $0,8\% \leq \text{Mn} \leq 1,5\%$, $0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,35\%$, $0,01\% \leq \text{Cr} \leq 0,3\%$, $0,02\% \leq \text{Ti} \leq 0,1\%$, $0,002\% \leq \text{B} \leq 0,005\%$, le reste de la composition étant
20 constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

La composition de la tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend préférentiellement, les teneurs étant exprimées en poids : $0,14\% \leq \text{C} \leq 0,18\%$, $0,4\% \leq \text{Si} \leq 0,5\%$, $0,010\% \leq \text{Al} \leq 0,070\%$, $2,2\% \leq \text{Mn} \leq 2,5\%$, $\text{S} \leq 0,005\%$, $\text{P} \leq 0,010\%$, $\text{N} \leq 0,009\%$, le reste de la composition étant constitué
25 de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

La composition de la tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend préférentiellement, les teneurs étant exprimées en poids : $0,040\% \leq \text{C} \leq 0,100\%$, $0,80\% \leq \text{Mn} \leq 2,00\%$, $\text{Si} \leq 0,30\%$, $\text{S} \leq 0,005\%$, $\text{P} \leq 0,030\%$, $0,010\% \leq \text{Al} \leq 0,070\%$, $0,015\% \leq \text{Nb} \leq 0,100\%$, $0,030\% \leq \text{Ti} \leq 0,080\%$, $\text{N} \leq 0,009\%$, $\text{Cu} \leq 0,1\%$, $\text{Ni} \leq 0,1\%$, $\text{Cr} \leq 0,1\%$, $\text{Mo} \leq 0,1\%$, $\text{Ca} \leq 0,006\%$, le reste
30

de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Selon un mode préféré, le pré-revêtement comprend en poids 5-11% Si, 2-4% Fe, optionnellement entre 15 and 30ppm Ca, le reste de la composition étant de l'aluminium et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Le pré-traitement thermique comprend préférentiellement un chauffage jusqu'à une température θ_1 suivi d'un maintien à ladite température θ_1 pendant une durée t_1 , de telle sorte que le point représentatif (θ_1 , t_1) se trouve situé au sein d'un domaine défini par le diagramme ABC de la figure 1.

Le pré-traitement thermique est effectué avantageusement par recuit basé.

La vitesse de chauffage V_C est préférentiellement supérieure ou égale à 25°C/s.

Selon un mode préféré, la vitesse de chauffage V_C est supérieure ou égale à 50°C/s.

La température θ_2 est préférentiellement comprise entre Ac_1 et $Ac_3+100^\circ C$, et la durée de maintien t_2 à la température θ_2 est comprise entre 30 secondes et 5 minutes.

L'invention a également pour objet l'utilisation d'une pièce fabriquée selon l'un des modes ci-dessus, pour la fabrication d'éléments de structures ou de sécurité pour véhicule automobile terrestre à moteur.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous donnée à titre d'exemple et faite en référence aux figures jointes suivantes :

La figure 1 présente des conditions de pré-traitement thermique (θ_1 , t_1) permettant la réalisation de l'invention.

La figure 2 présente un exemple d'écaillage intervenant dans des conditions de pré-traitement thermique qui ne sont pas celles de l'invention.

La figure 3 présente un exemple de tôle préalliée dans les conditions de l'invention.

Les inventeurs ont mis en évidence que les problèmes exposés ci-dessus étaient résolus en mettant en œuvre un procédé comportant un pré-traitement thermique particulier d'une tôle pré-revêtue d'aluminium ou d'un

alliage à base d'aluminium. Ce pré-traitement confère à cette tôle des caractéristiques particulièrement adaptées aux étapes ultérieures de fabrication, en particulier de débobinage, découpe, et d'emboutissage à chaud.

5 On définira les termes suivants :

- le pré-revêtement d'aluminium ou d'un alliage d'aluminium désigne la couche déposée sur la tôle d'acier nue, avant que n'intervienne l'austénitisation précédant l'emboutissage à chaud. On distinguera :

10 - le pré-revêtement tel qu'il est directement issu de l'opération par passage de la bande à chaud dans un bain d'aluminium ou d'aluminium fondu

- le pré-revêtement pré-allié qui désigne le pré-revêtement ci-dessus dont certaines caractéristiques ont été modifiées grâce à un pré-traitement thermique dans des conditions particulières. Ce terme de pré-traitement
15 est utilisé pour différencier celui-ci du traitement thermique d'austénitisation qui précède l'emboutissage à chaud.

- le revêtement désigne la couche obtenue après austénitisation et emboutissage à chaud, c'est à dire le revêtement présent au stade final sur la pièce emboutie à chaud.

20 En ce qui concerne la tôle d'acier mise en œuvre selon l'invention, on choisira une tôle laminée à chaud ou une tôle ayant subi un laminage à froid ultérieur. L'épaisseur de cette tôle peut se situer dans une gamme d'épaisseur comprise entre 0,5 et 4 mm environ, gamme utilisée notamment pour la fabrication de pièces structurales ou de renfort, notamment pour l'industrie
25 automobile. Avantageusement, l'acier de base sur lequel on effectue le pré-revêtement présente la composition pondérale suivante :

- une teneur en carbone comprise entre 0,15 et 0,5%, préférentiellement entre 0,15 et 0,25% en poids. Cet élément joue un grand rôle sur la trempabilité et sur la résistance mécanique obtenue après le refroidissement
30 qui suit le traitement d'austénitisation. Au-dessous d'une teneur de 0,15% en poids, l'aptitude à la trempe est cependant trop faible et les propriétés de résistance sont insuffisantes. Au-delà d'une teneur de 0,5 % en poids, le risque de formation de défauts est accru lors de la trempe, particulièrement

pour les pièces de plus forte épaisseur. Une teneur en carbone comprise entre 0,15 et 0,25% permet d'obtenir une résistance comprise entre 1250 et 1650 MPa environ lorsque la microstructure de la pièce est martensitique.

- outre son rôle de désoxydant, le manganèse a également un effet important sur la trempabilité en particulier lorsque sa teneur en poids est au moins de 0,5% et préférentiellement de 0,8%. Cependant, une quantité trop importante (3% en poids, ou préférentiellement 1,5%) conduit à des risques de ségrégation excessive.

- la teneur en silicium de l'acier doit être comprise entre 0,1 et 0,5 % en poids, et de préférence entre 0,1 et 0,35%. Outre son rôle sur la désoxydation de l'acier liquide, cet élément contribue au durcissement de l'acier mais sa teneur doit être cependant limitée pour éviter la formation excessive d'oxydes et pour favoriser la revêtabilité.

- au delà d'une teneur supérieure à 0,01%, le chrome augmente la trempabilité et contribue à l'obtention d'une résistance importante après l'opération de formage à chaud. Au delà d'une teneur égale à 1%, (préférentiellement 0,3%), l'effet du chrome sur l'homogénéité des propriétés mécaniques dans la pièce est saturé.

- l'aluminium est un élément favorisant la désoxydation et la précipitation de l'azote. En quantité excessive, il se forme des aluminates grossiers lors de l'élaboration qui tendent à diminuer la ductilité, ce qui incite à limiter la teneur en aluminium à 0,1 % en poids.

- en quantités excessives, le soufre et le phosphore conduisent à une fragilité augmentée. C'est pourquoi il est préférable de limiter leur teneur respective à 0,05 et 0,1 % en poids.

- le bore, dont la teneur doit être comprise entre 0,0005 et 0,010 % en poids, et de préférence entre 0,002 et 0,005% en poids, est un élément qui joue un rôle important sur la trempabilité. Au-dessous d'une teneur de 0,0005%, on n'obtient pas un effet suffisant sur la trempabilité. Le plein effet est obtenu pour une teneur de 0,002%. La teneur maximale en bore doit être inférieure à 0,010%, et préférentiellement 0,005%, pour ne pas dégrader la ténacité.

- Le titane a une forte affinité pour l'azote. Il protège le bore de façon à ce que cet élément se trouve sous forme libre pour jouer son plein effet sur la

trempabilité. Au-delà de 0,2%, il existe cependant un risque de former des nitrures de titane grossiers dans l'acier liquide qui jouent un rôle néfaste sur la ténacité. Il est compris préférentiellement entre 0,02 et 0,1%.

Comme on l'a mentionné plus haut, cette gamme de compositions permet
5 d'obtenir une résistance à la rupture après emboutissage à chaud supérieure à 1250 MPa environ. En contrepartie de ce niveau de résistance très élevé, l'allongement à rupture est relativement limité, de l'ordre de 5%.

Certaines applications structurales ne nécessitent pas un niveau de résistance aussi élevé mais requièrent par contre une capacité d'allongement
10 à rupture supérieure à 8%. Lorsqu'on cherche à disposer d'une pièce d'acier qui, après emboutissage à chaud, présente une résistance comprise entre 1100 et 1500MPa et un allongement à rupture supérieur à 8%, on choisira préférentiellement la composition d'acier suivante : $0,14\% \leq C \leq 0,18\%$, $0,4\% \leq Si \leq 0,5\%$, $0,010\% \leq Al \leq 0,070\%$, $2,2\% \leq Mn \leq 2,5\%$, $S \leq 0,005\%$, $P \leq$
15 $0,010\%$, $N \leq 0,009\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration. Cette gamme de composition permet d'obtenir, après emboutissage à chaud et refroidissement de la pièce, une microstructure constituée de bainite inférieure ou supérieure dont la somme des fractions surfaciques de ces deux constituants est
20 supérieure ou égale à 10%. Le complément éventuel est constitué de martensite auto-revenue, ce constituant étant caractérisé par la présence de fins carbures précipités dans les lattes de martensite.

Lorsqu'on cherche à disposer d'une pièce d'acier dont la résistance et l'allongement à rupture en traction, après emboutissage à chaud, sont
25 respectivement supérieurs à 500MPa et à 15%, on choisira préférentiellement la composition d'acier suivante :

- une teneur en carbone comprise entre 0,040 et 0,100% en poids. Au dessous de 0,040%, il n'est pas possible d'obtenir une résistance supérieure à 500MPa dans toutes les conditions de refroidissement. Au delà d'une
30 teneur de 0,100%, il existe le risque de former une proportion trop importante de martensite dans les conditions de refroidissement les plus rapides, par exemple lorsque les pièces sont maintenues au sein d'un outillage refroidi.

L'allongement à rupture peut être alors inférieur à 15%. Une teneur en carbone comprise entre 0,050 et 0,080% est particulièrement avantageuse, car elle permet d'obtenir une grande stabilité des caractéristiques de résistance et d'allongement en fonction des conditions de fabrication ainsi qu'une très bonne soudabilité dans les procédés d'assemblage usuels.

- une teneur en manganèse comprise 0,80 et 2,00% permet d'obtenir une trempabilité satisfaisante sans formation d'une structure en bandes trop marquée. Une gamme de 1,20-1,70% de Mn est particulièrement satisfaisante à cet égard.

10 - une teneur en silicium inférieure à 0,30%, et préférentiellement 0,070%, permet de favoriser la revêtabilité et la soudabilité

- les teneurs en soufre et en phosphore doivent être limitées respectivement à 0,005 et 0,030 % en poids dans le but d'obtenir une ductilité élevée. Des teneurs respectivement inférieures à 0,004 et à 0,020% sont particulièrement favorables.

15 - une teneur en aluminium comprise entre 0,010 et 0,070% en poids, permet la désoxydation de l'acier liquide, sans formation d'aluminates de taille excessive. Une quantité comprise entre 0,020 et 0,040% est préférée.

- le titane et le niobium font partie de la catégorie des éléments de micro-alliage, éléments efficaces même pour de faibles quantités allant de quelques 10^{-3} à quelques $10^{-2}\%$:

25 - lorsque la teneur en niobium de l'acier est comprise entre 0,015 et 0,100%, de fins précipités durcissants de carbonitrides Nb(CN) se forment dans l'austénite ou dans la ferrite lors du laminage à chaud. Ces précipités permettent également de limiter la croissance du grain austénitique lors d'un soudage éventuel. Une teneur en niobium comprise entre 0,030 et 0,070% permet d'obtenir un durcissement appréciable tout en accroissant modérément les caractéristiques mécaniques à haute température, ce qui permet de limiter les efforts lors du laminage à chaud sur trains à bandes.

30 - lorsque la teneur en titane est comprise entre 0,030 et 0,080% en poids, une précipitation a lieu sous forme de nitrures TiN à très haute température, puis à plus basse température dans l'austénite sous forme de fins carbures TiC conduisant à un durcissement. Les précipités TiN

permettent de limiter efficacement la croissance du grain austénitique lors d'éventuelles opérations de soudage. Une teneur en titane comprise entre 0,060 et 0,080% permet d'obtenir une précipitation plus intense de TiC ou de carbosulfures de titane.

- 5 - la teneur en azote est inférieure à 0,009% pour éviter une précipitation de TiN qui interviendrait dès la solidification sous une forme grossière.

Lors de l'austénitisation précédant l'emboutissage, les éléments de microalliage précipités freinent efficacement la croissance du grain austénitique et limitent la formation de constituants secondaires de grande
10 dureté qui réduisent la ductilité.

- La composition de l'acier peut également comprendre des éléments tels que le cuivre, le chrome, le nickel ou le molybdène qui contribuent à l'augmentation de la résistance par durcissement en solution solide ou par leur influence sur la trempabilité. Cependant, leur teneur individuelle doit être
15 limitée à 0,1% sous peine de former des structures bainitiques après austénitisation en four, ces structures étant sensibles à une variation de la vitesse de refroidissement.

L'acier peut également comprendre une addition de calcium allant jusqu'à 0,006%, préférentiellement 0,005%, dans le but de globuliser les sulfures et
20 d'améliorer la résistance à la fatigue.

La microstructure obtenue après emboutissage à chaud à partir d'aciers de cette gamme de compositions, est constituée majoritairement de ferrite équiaxe, de martensite et de bainite.

- Le procédé selon l'invention est le suivant : on approvisionne une tôle nue
25 d'acier laminée à chaud ou à froid, préférentiellement de composition exposée ci-dessus.

Cette tôle ou bande d'acier est immergée, grâce un procédé connu en lui-même et revêtue par passage en continu dans un bain d'aluminium ou d'alliage d'aluminium liquide. Ce bain d'aluminium ou d'alliage d'aluminium
30 peut être notamment :

- Un bain dit aluminium-silicium, c'est à dire comprenant en poids 5-11% de silicium, 2 à 4% de fer, optionnellement entre 15 et 30 ppm de calcium, le reste étant de l'aluminium et des impuretés inévitables résultant de

l'élaboration.

- un bain d'aluminium pur sans élément d'addition, mais saturé en fer résultant du passage de la bande d'acier dans le bain, c'est à dire comprenant de 2 à 4% de fer, le reste étant de l'aluminium et des impuretés
5 inévitables résultant de l'élaboration.

Après passage en continu avec immersion de la tôle dans le bain et essorage au moyen de buses permettant de contrôler l'épaisseur du dépôt métallique, on obtient une tôle avec un pré-revêtement d'épaisseur comprise entre 15 et 50 micromètres. Une gamme préférée de l'invention est 20 à 35 micromètres.

10 Cette tôle est usuellement bobinée. Dans le cas d'un pré-revêtement à partir d'un bain d'aluminium-silicium, on observe deux ou trois couches successives qui vont être décrites en partant du substrat d'acier jusqu'à la surface :

- éventuellement une couche composée d'une phase FeAl_3 et Fe_2Al_5 . Cette couche très fine, d'épaisseur inférieure à 1 micromètre, peut ne pas être
15 observée.

- une couche d'alliage intermétallique τ_5 de composition du type $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$, d'épaisseur allant de 3 à 7 micromètres environ.

- une couche se présentant sous forme de dendrites d'aluminium contenant du fer en solution solide, les espaces interdendritiques étant constitués de
20 lamelles de silicium et d'aiguilles d'alliage de la phase intermétallique τ_6 du type $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$. Cette structure résulte de la transformation eutectique du liquide du bain en $\text{Al}+\text{Si}+\tau_6$ vers 575°C . Cette dernière couche occupe la majeure partie du pré-revêtement.

Les inventeurs ont mis en évidence que les buts de l'invention sont atteints
25 lorsque l'on soumet ce pré-revêtement à un pré-traitement thermique à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 choisis de façon à ce que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, c'est à dire non combiné à un autre élément, de phase τ_5 et τ_6 .

L'absence de ces phases, notamment de celles avec un bas point de fusion, c'est à dire inférieur à θ_2 , au profit de celles qui sont présentées ci-dessous,
30 permet alors d'effectuer le traitement ultérieur d'austénitisation dans des conditions de qualité et de productivité particulièrement satisfaisantes. Elle

permet de réaliser ce traitement ultérieur sans risque de fusion prématurée du pré-revêtement et sans risque de dégradation des rouleaux permettant le transport de la tôle.

Le pré-traitement thermique dans les conditions de l'invention permet
5 d'obtenir, par diffusion et alliation entre l'acier du substrat et le pré-revêtement, une phase intermétallique FeAl_3 et optionnellement une phase intermétallique FeAl ou Fe_2Al_5 ou τ_2 du type $\text{Fe}_6\text{Al}_{12}\text{Si}_5$. Ce pré-revêtement pré-allié a une épaisseur allant de 20 à 60 micromètres.

Une tôle pré-alliée peut être ainsi typiquement constituée d'un substrat d'acier
10 recouvert sur ses deux faces par différentes couches successives:

- une phase Fe_2Al_5 de faible épaisseur en contact avec le substrat d'acier, surmontée par :
- une phase FeAl_3 occupant la majeure partie de l'épaisseur, surmontée par :
- une phase FeAl ou une phase ternaire monoclinique ou cubique τ_2 du type
15 $\text{Fe}_6\text{Al}_{12}\text{Si}_5$.
- une phase FeAl_3 en extrême surface.

Ces différentes couches peuvent être plus ou moins continues.

Les inventeurs ont mis en évidence que la présence de plus de 50% de
phase FeAl_3 , en proportion surfacique dans le pré-revêtement, permet
20 d'assurer une bonne résistance au poudrage lors de la déformation de la tôle.

Le coefficient d'émissivité de la tôle est significativement diminué après pré-traitement thermique. Par rapport à une tôle pré-revêtue non pré-alliée, le cycle d'austénitisation ultérieur en four peut être ainsi raccourci en raison de la plus grande efficacité, puisque la durée de chauffage peut être réduite de
25 moitié environ.

Le pré-traitement sous atmosphère protectrice d'hydrogène et d'azote est effectué à une température θ_1 inférieure à $\text{Ac}1$, c'est à dire qu'il ne provoque pas de transformation austénitique dans la tôle d'acier du substrat : la solubilité de l'hydrogène étant nettement plus faible en phase ferritique qu'en
30 phase austénitique, ce pré-traitement en four conduit à une très faible teneur en hydrogène diffusif, inférieure à 0,05 ppm. Ceci réduit les risques de fissuration ultérieure dues à cet élément lorsque l'on met notamment en œuvre des tôles d'acier à composition très chargées en éléments d'alliage qui

conduisent à des résistances mécaniques très élevées après emboutissage à chaud.

De plus, ce traitement à une température inférieure à la température A_{c1} provoque un adoucissement de la tôle d'acier initiale, ce qui facilite la
5 découpe mécanique ultérieure de la tôle pré-alliée en flans destinés à l'emboutissage à chaud et permet de diminuer l'usure des outils de découpe. Les inventeurs ont montré que ces résultats étaient obtenus de manière avantageuse lorsque le pré-traitement thermique comportait un chauffage jusqu'à une température θ_1 suivi d'un maintien à cette température pendant
10 une durée t_1 , le point représentatif de couple (θ_1, t_1) se trouvant au sein d'un domaine défini par le diagramme ABC de la figure 1.

Lorsque ces conditions sont respectées, on obtient une tôle pré-alliée peu sensible au poudrage (défaut qui se manifeste par une micro-décohésion superficielle du revêtement sous forme de poudre) donc parfaitement apte
15 aux opérations mécaniques telles que débobinages, découpes et manipulations. De plus, le revêtement de cette tôle pré-alliée étant parfaitement adhérent, il ne se produit pas d'écaillage de ce revêtement lors des opérations mécaniques ultérieures. L'écaillage est défini par une décohésion locale macroscopique du revêtement, sensiblement parallèle à la
20 surface de la tôle d'acier.

On observera que, sur la base d'une équivalence entre la température et la durée de maintien dans la diffusion qui intervient entre l'acier et le pré-revêtement lors de ce pré-traitement thermique, on s'attendait à ce qu'une température élevée soit associée à une durée de maintien plus faible pour
25 obtenir un effet et un degré d'alliation donnés. Or, d'une façon surprenante, le diagramme ABC de la figure 1 correspondant à l'invention révèle une tendance inverse puisque les températures de maintien les plus élevées sont associées aux durées de maintien les plus importantes.

On note de plus une tendance au collage des spires lors du recuit des
30 bobines aux températures plus élevées, ce qui conduit à limiter à 680°C la température θ_1 .

Compte tenu des températures et des durées de maintien, l'invention sera mise en œuvre avec profit grâce à des fours de recuit base.

Ce pré-traitement modifiant l'émissivité permet de chauffer ultérieurement plus rapidement les flans, puisque ceux-ci peuvent être chauffés et austénitisés avec une vitesse de chauffage V_C supérieure ou égale à 25, voire à 50°C/s sans qu'il y ait risque de fusion partielle du revêtement. Cette
5 étape de chauffage s'effectue dans des fours ne nécessitant pas d'atmosphère spéciale de protection.

La vitesse de chauffage V_C est ici définie comme la vitesse moyenne entre la température ambiante et 600°C. La température maximale θ_2 atteinte lors du cycle permet d'obtenir une austénitisation partielle ou totale du substrat
10 d'acier du flan. On choisira à cet effet une température θ_2 comprise entre Ac_1 et $Ac_3+100^\circ C$, Ac_1 correspondant au début de la transformation austénitique au chauffage de l'acier, Ac_3 correspondant à la fin de la transformation austénitique au chauffage de l'acier. La durée de maintien t_2 à la température θ_2 est préférentiellement comprise entre 30 secondes et 5 minutes.

15 Après chauffage et maintien, le flan est transféré rapidement au sein d'une presse puis embouti à chaud. Le transfert doit être suffisamment rapide pour ne pas provoquer de transformation de l'acier. Le refroidissement de la pièce qui intervient d'abord au sein de l'outillage de la presse, puis après extraction de celle-ci hors de la presse d'emboutissage à chaud, permet d'obtenir
20 différents types de microstructures ; selon le niveau de caractéristiques mécaniques souhaitées (résistance, ductilité, ténacité notamment), on choisira notamment des compositions d'acier dont on a donné des exemples ci-dessus, ainsi que des conditions de refroidissement adaptées : ces dernières peuvent être en particulier modulées grâce à un refroidissement plus ou moins énergétique de l'outillage de la presse. Selon la composition de
25 l'acier et la vitesse de refroidissement, on obtiendra ainsi des structures martensitiques, ou bainitiques, ou martensito-bainitiques, comportant éventuellement de l'austénite résiduelle ou de la ferrite si ces constituants micrographiques sont recherchés en relation avec les propriétés mécaniques
30 visées.

Après le traitement thermique d'austénitisation suivi de l'emboutissage à chaud, le revêtement final de la pièce est constitué sur toute son épaisseur

de différentes phases intermétalliques du type Fe_xAl_y de grande dureté, ces phases comportant éventuellement du silicium en solution solide.

Le revêtement ainsi obtenu est apte à être peint et soudé par les procédés conventionnels.

- 5 A titre d'exemple non limitatif, les résultats suivants vont montrer les caractéristiques avantageuses conférées par l'invention.

Exemple:

On a approvisionné des tôles laminées à chaud puis à froid d'épaisseur comprise entre 1 et 2 mm de composition du type 22 MnB5 comprenant, en
10 pourcentage pondéral : 0.22%C, 1.2%Mn, 0.2%Si, 0.2%Cr, 0.040%Al, 0.003%B, 0.030%Ti, 0.0002%S, 0.020%P, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration. Ces tôles d'acier ont été pré-revêtues par immersion avec passage en continu dans un bain Al-Si comprenant 9%Si, 3% Fe, le reste étant de l'aluminium et des impuretés
15 inévitables provenant de l'élaboration. Après essorage au moyen de buses, on obtient des tôles avec un pré-revêtement d'une épaisseur de 28 micromètres sur chacune de ses faces. Ces tôles sont ensuite bobinées.

Certaines tôles pré-revêtues ont subi un pré-traitement thermique à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 dans des conditions qui
20 sont rapportées au tableau 1 ci-dessous. Ces pré-traitements ont été effectués dans des fours de recuit base sous une atmosphère H_2N_2 comprenant de 3 à 5% d'hydrogène. Après pré-traitement thermique, le refroidissement de ces tôles pré-alliées a été réalisé dans le four.

On a ensuite effectué un débobinage des tôles puis une découpe mécanique
25 pour obtenir des flans. Afin d'évaluer la sensibilité plus ou moins grande au poudrage et à l'écaillage lors des opérations de débobinage et découpe, on a mis en œuvre des tests de flexion (pliage-dépliage) sur mandrin de 60mm de diamètre ; les tôles ont été pesées avant et après ces tests : la perte de poids permet d'évaluer une éventuelle sensibilité au poudrage. De plus, des
30 observations visuelles de la surface des tôles et des coupes macrographiques des revêtements des tôles pré-alliées permettent de déceler un éventuel écaillage.

Les flans ont été ensuite chauffés avec une vitesse V_C de 25 °C/s jusqu'à une température θ_2 de 900°C, soit $Ac3+60^\circ C$, et maintenus pendant une durée t_2 de 4 minutes à cette température. Après transfert rapide des flans chauffés au sein d'une presse, les flans ont été ensuite emboutis à chaud de façon à obtenir des pièces. La présence d'une éventuelle refusion partielle du revêtement a été relevée lors de l'austénitisation.

Des essais d'emboutissage à chaud ont été également effectués à titre de comparaison sur des flans non pré-traités thermiquement (essai repéré M au tableau 1)

10

Essai	Invention/ référence	θ_1 (°C)	t_1 (h)	Poudrage	Ecaillage	Refusion du revêtement
A	R	<u>500</u>	<u>10</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>
B	R	<u>500</u>	<u>17</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>
C	R	<u>550</u>	<u>17</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>
D	R	<u>565</u>	<u>17</u>	<u>Oui</u>	Non	<u>Oui</u>
E	R	<u>580</u>	<u>1</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>	<u>Oui</u>
F	R	<u>580</u>	<u>17</u>	<u>Oui</u>	Non	Non
G	I	620	6	Non	Non	Non
H	R	<u>600</u>	<u>17</u>	<u>Oui</u>	Non	Non
I	I	640	10	Non	Non	Non
J	I	655	6	Non	Non	Non
K	I	680	6	Non	Non	Non
L	I	680	15	Non	Non	Non
M	R	-	-	Non	Non	<u>Oui</u>

Tableau 1. Conditions de pré-traitement thermique et résultats obtenus.

I= Invention R= Référence

Les valeurs soulignées ne correspondent pas à l'invention.

- 15 Dans les conditions de référence (essais A, B, C, E) la température θ_1 et/ou le maintien t_1 ne permettent pas de faire en sorte que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 et τ_6 . Dans ces conditions, la sensibilité au poudrage et à l'écaillage est importante. En particulier, la persistance de composants eutectiques dans le pré-revêtement induit une
- 20 nette sensibilité à l'écaillage. La figure 2 illustre ainsi un écaillage intervenant dans les conditions de l'essai A : la décohésion se produit plus

particulièrement à l'interface entre une couche (repérée 1 sur la figure) du pré-revêtement ayant été alliée avec le substrat 3, et une couche non alliée à structure eutectique 2. Cette dernière couche contient de l'aluminium libre et des phases de type τ_5 et τ_6 .

- 5 Dans les essais D, F, H, l'épaisseur relative et la répartition inadéquates des différentes phases conduit au poudrage.

Par comparaison, dans les conditions de l'invention (essais G, I, J, K, L, illustrés par des symboles pleins sur la figure 1) on ne met en évidence aucun poudrage, écaillage ou refusion. La figure 3 illustre la microstructure de la tôle

- 10 pré-alliée dans les conditions de l'essai J.

En partant du substrat d'acier repéré 4 sur la figure, on note une couche de phase Fe_2Al_5 (repérée 5) surmontée par une phase FeAl_3 (repérée 6) d'une dureté de l'ordre de 1000 HV, surmontée elle-même par une couche 7 de phase FeAl , puis d'une couche 8 de phase FeAl_3 en extrême surface.

- 15 L'épaisseur totale de ce revêtement préallié est de 35 micromètres environ.

Le pré-traitement thermique selon les conditions de l'invention conduit à une diminution de la résistance mécanique du substrat d'acier, de 590MPa à moins de 525 MPa, ce qui facilite la découpe mécanique des flans et diminue l'usure des outils de découpe.

- 20 La tôle pré-alliée dans les conditions de l'invention a une teneur en hydrogène diffusif très faible, inférieure à 0,05ppm. Cette caractéristique permet de minimiser les risques éventuels de fissuration dus à cet élément lorsque l'on emboutit à chaud des tôles d'acier avec des composition très chargées en éléments d'alliage qui conduisent à des résistances mécaniques
25 extrêmement élevées après emboutissage à chaud.

- Par rapport à une tôle n'ayant pas été pré-traitée thermiquement, l'invention permet de chauffer les flans avec une vitesse de chauffage V_c nettement plus importante : dans le cas de la tôle M, on note la présence d'une refusion partielle du revêtement lors du traitement d'austénitisation avec une vitesse
30 de chauffage V_c (vitesse entre 20 et 600°C) de 25°C/s, alors que les flans traités selon l'invention ne montrent pas de trace de refusion à cette même vitesse de chauffage, voire même à la vitesse de chauffage V_c de 50°C/s.

La résistance à la rupture en traction des pièces obtenues selon l'invention va d'environ 1400 à 1600 MPa., la limite d'élasticité va de 1000 à 1150MPa. Le revêtement final, bien adhérent, protège les pièces de la corrosion. Il est apte aux traitements usuels tels que la peinture par cataphorèse .

- 5 Des essais de soudage par résistance par point sur les pièces embouties à chaud montrent que les pièces obtenues selon le procédé de l'invention sont soudables dans les gammes usuelles.

Ainsi, l'invention permet la fabrication de pièces revêtues à hautes caractéristiques, dans des conditions de productivité très satisfaisantes.

- 10 Ces pièces seront utilisées avec profit pour la fabrication de pièces de sécurité, et notamment de pièces anti-intrusion ou de soubassement, de barres de renforcement, de pieds milieu, pour la construction de véhicules automobiles.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une pièce en acier revêtue d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, comprenant les étapes successives et dans cet ordre selon lesquelles :
- 5
- on approvisionne une tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid constituée d'un substrat en acier et d'un pré-revêtement d'aluminium ou d'un alliage à base d'aluminium, puis
 - on effectue un pré-traitement thermique de ladite tôle à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 , de façon à ce que ledit pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$, et τ_6 du type $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$, et de façon à ne pas provoquer de transformation austénitique dans ledit substrat d'acier, ledit pré-traitement étant réalisé en four sous atmosphère d'hydrogène et d'azote, obtenant
 - 10
 - 15
 - ainsi une tôle pré-alliée, puis
 - on refroidit ladite tôle pré-alliée pour obtenir une tôle pré-alliée et refroidie, puis
 - on découpe ladite tôle pré-alliée et refroidie pour obtenir un flan, puis
 - on chauffe ledit flan avec une vitesse V_C à une température θ_2 et on
 - 20
 - maintient ledit flan pendant une durée t_2 de manière à obtenir, par alliation entre ledit substrat en acier et ledit pré-revêtement, un revêtement allié constitué sur toute son épaisseur de phases intermétalliques du type Fe_xAl_y comprenant éventuellement du silicium en solution solide, et de manière à conférer une structure partiellement ou totalement austénitique
 - 25
 - audit acier, puis
 - on emboutit à chaud ledit flan pour obtenir une pièce, puis
 - on refroidit ladite pièce dans des conditions propres à conférer les caractéristiques mécaniques visées pour ladite pièce d'acier
- 30 2 Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que le prérevêtement de ladite tôle pré-alliée et refroidie comprend une phase

intermétallique FeAl_3 et optionnellement au moins une phase intermétallique choisie parmi FeAl , Fe_2Al_5 , ou τ_2 du type $\text{Fe}_6\text{Al}_{12}\text{Si}_5$.

3 Procédé de fabrication selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que
5 la proportion surfacique de ladite phase intermétallique FeAl_3 dans ledit pré-revêtement de ladite tôle pré-alliée et refroidie, est supérieure ou égale à 50%

4 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 3
10 caractérisé en ce que ladite tôle pré-alliée et refroidie a une teneur en hydrogène diffusif inférieure à 0,05ppm

5 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce que la composition de ladite tôle d'acier laminée à
15 chaud ou laminée à froid, comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,15\% \leq C \leq 0,5\%$$

$$0,5\% \leq \text{Mn} \leq 3\%$$

$$0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,5\%$$

20 $0,01\% \leq \text{Cr} \leq 1\%$

$$\text{Ti} \leq 0,2\%$$

$$\text{Al} \leq 0,1\%$$

$$\text{S} \leq 0,05\%$$

$$\text{P} \leq 0,1\%$$

25 $0,0005\% \leq \text{B} \leq 0,010\%$,

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration

6 Procédé de fabrication selon la revendication 5, caractérisé en ce que la
30 composition de ladite tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,15\% \leq C \leq 0,25\%$$

$$0,8\% \leq \text{Mn} \leq 1,5\%$$

$$0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,35\%$$

$$0,01\% \leq \text{Cr} \leq 0,3\%$$

$$0,02\% \leq \text{Ti} \leq 0,1\%$$

5 $0,002\% \leq \text{B} \leq 0,005\%$,

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration

7 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
10 caractérisé en ce que la composition de ladite tôle d'acier laminée à chaud ou laminée à froid, comprend, les teneurs étant exprimées en poids

$$0,14\% \leq \text{C} \leq 0,18\%$$

$$0,4\% \leq \text{Si} \leq 0,5\%$$

15 $0,010\% \leq \text{Al} \leq 0,070\%$

$$2,2\% \leq \text{Mn} \leq 2,5\%$$

$$\text{S} \leq 0,005\%$$

$$\text{P} \leq 0,010\%$$

$$\text{N} \leq 0,009\%$$

20 le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration

8 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la composition de ladite tôle d'acier laminée à chaud
25 ou laminée à froid, comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,040\% \leq \text{C} \leq 0,100\%$$

$$0,80\% \leq \text{Mn} \leq 2,00\%$$

$$\text{Si} \leq 0,30\%$$

$$\text{S} \leq 0,005\%$$

30 $\text{P} \leq 0,030\%$

$$0,010\% \leq \text{Al} \leq 0,070\%$$

$$0,015\% \leq \text{Nb} \leq 0,100\%$$

$$0,030\% \leq \text{Ti} \leq 0,080\%$$

$$\text{N} \leq 0,009\%$$

$$\text{Cu} \leq 0,1\%$$

5 $\text{Ni} \leq 0,1\%$

$$\text{Cr} \leq 0,1\%$$

$$\text{Mo} \leq 0,1\%$$

$$\text{Ca} \leq 0,006\%,$$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables
10 résultant de l'élaboration

9 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que ledit pré-revêtement comprend en poids 5-11% Si, 2-4% Fe, optionnellement entre 15 and 30ppm Ca, le reste de la composition
15 étant de l'aluminium et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration

10 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que ledit pré-traitement thermique comprend un chauffage jusqu'à une température θ_1 suivi d'un maintien à ladite température
20 θ_1 pendant une durée t_1 , de telle sorte que le point représentatif (θ_1 , t_1) se trouve situé au sein d'un domaine défini par le diagramme ABC de la figure 1

11 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 caractérisé en ce que ledit pré-traitement thermique est effectué par recuit
25 base

12 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que ladite vitesse de chauffage V_C est supérieure ou égale à 25°C/s

30

13 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que ladite vitesse de chauffage V_C est supérieure ou

égale à 50°C/s

14 Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 1 à
13, caractérisé en ce que ladite température θ_2 est comprise entre A_{c1} et
5 $A_{c3}+100^\circ\text{C}$, et que ladite durée de maintien t_2 à ladite température θ_2 est
comprise entre 30 secondes et 5 minutes

15 Utilisation d'une pièce fabriquée selon l'une quelconque des
revendications 1 à 14, pour la fabrication d'éléments de structures ou de
10 sécurité pour véhicule automobile terrestre à moteur.

1/2

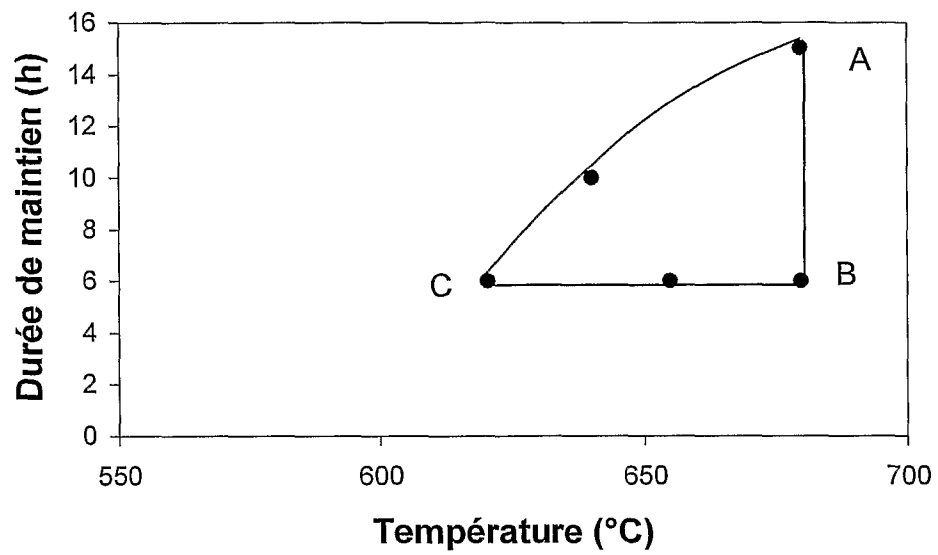


Figure 1

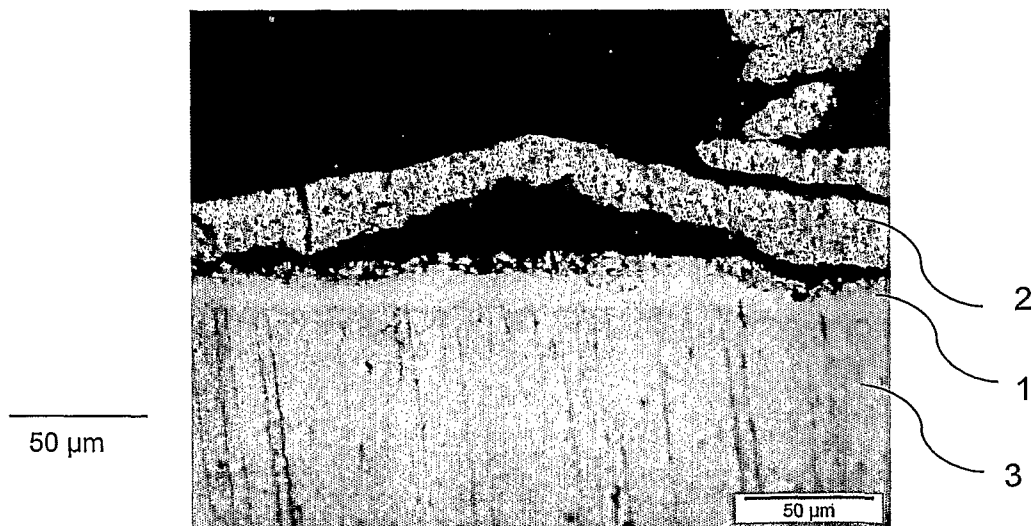


Figure 2

2/2

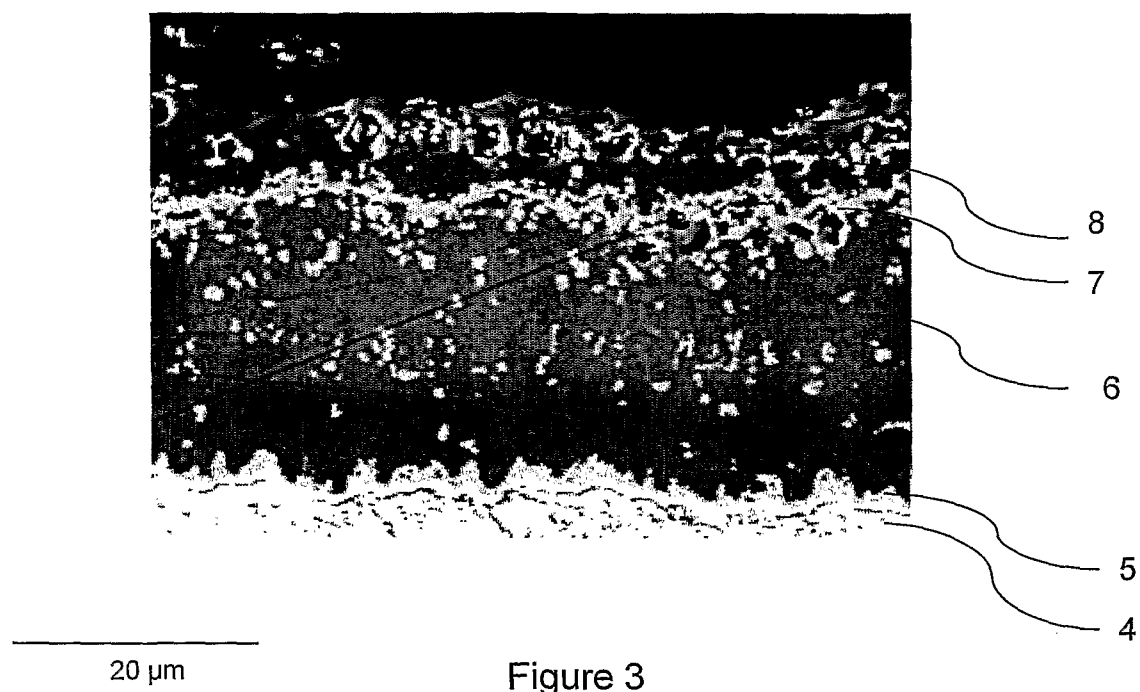


Figure 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2010/000174

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C21D1/673 C21D8/04 C23C2/12 C23C2/28
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C21D C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	A. Bahadur et al: "Structural studies of hot dip aluminized coatings on mild steel" Materials Transactions, JIM 1 November 1991 (1991-11-01), XP002607189 Retrieved from the Internet: URL: http://www.jim.or.jp/journal/e/pdf3/32/11/1053.pdf [retrieved on 2010-10-27] the whole document	1-3
X	JP 2007 314874 A (NIPPON STEEL CORP) 6 December 2007 (2007-12-06) * abstract paragraphs [0008], [0011] - paragraphs [0013], [0017] ----- -/--	1-3,9



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 October 2010

Date of mailing of the international search report

10/11/2010

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Lilimpakis, Emmanuel

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2010/000174

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2010/005121 A1 (NIPPON STEEL CORP [JP]; MAKI JUN [JP]; ABE MASAYUKI [JP]; KUSUMI KAZUH) 14 January 2010 (2010-01-14) * abstract -----	1,9-11, 14,15
A	EP 1 029 940 A1 (LORRAINE LAMINAGE [FR] USINOR [FR]) 23 August 2000 (2000-08-23) the whole document -----	1
A	SUEHIRO M ET AL: "Properties of aluminium-coated steels for hot forming" NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT OVERSEAS, NIPPON STEEL CO., TOKYO, JP, no. 88, 1 July 2003 (2003-07-01), pages 16-21, XP002393305 ISSN: 0300-306X the whole document -----	1,5,6, 12-15
E	WO 2010/086186 A1 (ARCELORMITTAL INVESTIGACION Y [ES]; AUDI NSU AUTO UNION AG [DE]; VOLKS) 5 August 2010 (2010-08-05) claims 1-4 -----	1
A	WO 2008/053273 A1 (ARCELOR FRANCE [FR]; DRILLET PASCAL [FR]; SPEHNER DOMINIQUE [FR]; KEFF) 8 May 2008 (2008-05-08) page 2, line 11 - page 3, line 11; claims 1-13 -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2010/000174

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2007314874 A	06-12-2007	NONE	
WO 2010005121 A1	14-01-2010	NONE	
EP 1029940 A1	23-08-2000	AT 280846 T BR 0000843 A CA 2298312 A1 DE 60015202 D1 DE 60015202 T2 ES 2231130 T3 FR 2790010 A1 JP 2000239819 A US 6309761 B1	15-11-2004 26-09-2000 18-08-2000 02-12-2004 10-11-2005 16-05-2005 25-08-2000 05-09-2000 30-10-2001
WO 2010086186 A1	05-08-2010	WO 2010085983 A1	05-08-2010
WO 2008053273 A1	08-05-2008	CA 2668393 A1 CN 101583486 A EP 2086755 A1 JP 2010508438 T	08-05-2008 18-11-2009 12-08-2009 18-03-2010

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2010/000174

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C21D1/673 C21D8/04
ADD.

C23C2/12

C23C2/28

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C21D C23C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	A. Bahadur et al: "Structural studies of hot dip aluminized coatings on mild steel" Materials Transactions, JIM 1 novembre 1991 (1991-11-01), XP002607189 Extrait de l'Internet: URL: http://www.jim.or.jp/journal/e/pdf3/32/11/1053.pdf [extrait le 2010-10-27] le document en entier	1-3
X	JP 2007 314874 A (NIPPON STEEL CORP) 6 décembre 2007 (2007-12-06) * abrégé alinéas [0008], [0011] - alinéas [0013], [0017] ----- -/--	1-3,9

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

27 octobre 2010

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

10/11/2010

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Lilimpakis, Emmanuel

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2010/000174

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2010/005121 A1 (NIPPON STEEL CORP [JP]; MAKI JUN [JP]; ABE MASAYUKI [JP]; KUSUMI KAZUH) 14 janvier 2010 (2010-01-14) * abrégé	1,9-11, 14,15
A	EP 1 029 940 A1 (LORRAINE LAMINAGE [FR] USINOR [FR]) 23 août 2000 (2000-08-23) le document en entier	1
A	SUEHIRO M ET AL: "Properties of aluminium-coated steels for hot forming" NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT OVERSEAS, NIPPON STEEL CO., TOKYO, JP, no. 88, 1 juillet 2003 (2003-07-01), pages 16-21, XP002393305 ISSN: 0300-306X le document en entier	1,5,6, 12-15
E	WO 2010/086186 A1 (ARCELORMITTAL INVESTIGACION Y [ES]; AUDI NSU AUTO UNION AG [DE]; VOLKS) 5 août 2010 (2010-08-05) revendications 1-4	1
A	WO 2008/053273 A1 (ARCELOR FRANCE [FR]; DRILLET PASCAL [FR]; SPEHNER DOMINIQUE [FR]; KEFF) 8 mai 2008 (2008-05-08) page 2, ligne 11 - page 3, ligne 11; revendications 1-13	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2010/000174

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2007314874 A	06-12-2007	AUCUN	
WO 2010005121 A1	14-01-2010	AUCUN	
EP 1029940 A1	23-08-2000	AT 280846 T BR 0000843 A CA 2298312 A1 DE 60015202 D1 DE 60015202 T2 ES 2231130 T3 FR 2790010 A1 JP 2000239819 A US 6309761 B1	15-11-2004 26-09-2000 18-08-2000 02-12-2004 10-11-2005 16-05-2005 25-08-2000 05-09-2000 30-10-2001
WO 2010086186 A1	05-08-2010	WO 2010085983 A1	05-08-2010
WO 2008053273 A1	08-05-2008	CA 2668393 A1 CN 101583486 A EP 2086755 A1 JP 2010508438 T	08-05-2008 18-11-2009 12-08-2009 18-03-2010