(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
25 septembre 2003 (25.09.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 03/078683 A2

(51) Classification internationale des brevets[7] : C23C 22/60

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR03/00863

(22) Date de dépôt international : 18 mars 2003 (18.03.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
02/03353 18 mars 2002 (18.03.2002) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)* : **DACRAL** [FR/FR]; 120, rue Galilée, Z.A.E.T.de Creil / St Maximin, F-60100 Creil (FR).

(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants *(pour US seulement)* : **POULET, Jean-Marie** [FR/FR]; 12, rue Séraphine Louis, F-60300 Senlis (FR). **CHESNEAU, Alain** [FR/FR]; 54, rue Henri Pauquet, 60100 Creil (FR). **LEGER, Georges** [FR/FR]; 42, rue des Arts & Métiers, F-60140 Liancourt (FR). **BEGUE, Denis** [FR/FR]; 39, rue J.F. Kennedy, F-60510 Bresles (FR).

(74) Mandataires : **MARTIN, Jean-Jacques,** etc.; Cabinet Regimbeau, 20, rue de chazelles, F-75847 Paris Cedex 17 (FR).

(81) États désignés *(national)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(régional)* : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :
— *sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

WO 03/078683 A2

(54) **Title:** COATING COMPOSITION FOR A METAL SUBSTRATE

(54) **Titre :** COMPOSITION DE REVÊTEMENT DE SUBSTRAT MÉTALLIQUE

(57) **Abstract:** The invention relates to a coating composition for a metal substrate exhibiting a free outer surface consisting of a metal coating based on zinc or a zinc-based alloy, characterized in that it comprises: silicate(s) of sodium and/or potassium and/or lithium (3-35 wt. %), a tensioning agent (à.01 1 wt.%), the remainder being water in a quantity sufficient to arrive at 100 %.

(57) **Abrégé :** La presente invention a pour objet une composition de revetement de substrat m6tallique presentant une surface exterieure libre constituee par une couche metallique a base de zinc ou d'alliage fi base de zinc, caracterisee en ce qu'elle comprend (% en poids): - silicate(s) de sodium ettou de potassium et/ou de lithium 3%-35% - agent de tension 0,01%- 1 - eau qsp 100%

Composition de revêtement de substrat métallique.

La présente invention a pour objet une composition de revêtement de substrat métallique à base d'une solution aqueuse de silicate de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium.

La présente invention se rapporte également aux procédés d'appplication de cette composition sur ledit substrat métallique et aux diverses utilisations de cette composition de revêtement.

Selon la présente invention, la composition de revêtement est destinée à être appliquée sur un substrat en acier présentant une surface extérieure libre constituée par une couche métallique de zinc ou d'alliage à base de zinc.

Dans un mode de réalisation avantageux, ladite couche métallique peut avoir été déposée sur ledit substrat en acier par voie électrolytique ou par immersion à chaud.

A titre d'exemple de substrats métalliques, on mentionnera :

- les tôles électrozinguées : substrat en acier revêtu d'une couche de zinc appliquée par voie électrolytique,
- les tôles galvanisées à chaud : substrat en acier revêtu d'une couche de zinc appliquée par immersion de la dite tôle dans un bain de zinc en fusion,
- GALFAN : substrat en acier revêtu d'une couche d'alliage de zinc (95 % en poids) et d'aluminium (5 % en poids) appliquée par immersion dans un bain d'alliage de zinc et d'aluminium dans les mêmes proportions en fusion,
- GALVALUME® : substrat en acier revêtu d'une couche d'alliage d'aluminium (55 % en poids) et de zinc (45 % en poids) appliquée par immersion dans un bain d'alliage d'aluminium et de zinc dans les mêmes proportions en fusion,

Le traitement de surface métallique est soumis à de multiples contraintes à la fois d'ordre technique, économique et environnemental.

La production des bobines de tôle chez les sidérurgistes s'effectue par des procédés très rapides dont la vitesse de ligne peut aller de quelques m/min jusqu'à 250 m/min. Lorsque l'on souhaite coupler au procédé de production une étape de traitement de surface, les technologies de traitement de surface doivent s'accommoder de ces contraintes de vitesse de ligne. Des difficultés techniques peuvent alors apparaître si l'on souhaite conserver une bonne réactivité chimique entre le substrat et les produits de traitement, mais aussi au niveau de la formation de film, si l'on souhaite obtenir un bon tendu et une bonne homogénéité des dépôts de film.

Les technologies de traitement anticorrosion font habituellement appel à des produits à base de chrome (hexavalent ou trivalent) qui sont appliqués en une ou plusieurs couches. Ces produits sont toutefois néfastes pour l'environnement et nécessitent d'être remplacés par des produits de traitement sans impact sur l'environnement.

De plus, les industriels cherchent aujourd'hui à mettre en œuvre une technologie satisfaisant un cahier des charges minimal et capable d'être fonctionnalisée afin de satisfaire des niveaux d'exigence plus élevés et d'accroître la valeur ajoutée du traitement de surface.

En complément à la résistance corrosion, la fonctionnalisation des traitements concerne notamment les domaines suivants :

- les propriétés de surface telles que le caractère hydrophobe ou hydrophile de la surface, le caractère anti-empreinte digitale de la surface ou bien encore la modification de l'alcalinité libre de la surface,
- les propriétés de mise en oeuvre telles que la flexibilité et la lubrification du revêtement pour les opérations de pliage ou emboutissage, mais aussi la conductivité électrique pour l'assemblage par soudage.

Les industriels sont en outre soumis à des contraintes économiques et recherchent ainsi des traitements compacts à partir de formulations qui sont d'une part préparées en milieu aqueux (et qui ne nécessitent donc pas d'investissement complémentaire pour le retraitement d'éventuels solvants

organiques) et qui permettent d'autre part l'application d'une seule couche avec un seul séchage.

Enfin les contraintes d'exploitation sur ligne exigent également des produits qui sont d'une part mono-composant (c'est-à-dire qui ne nécessitent pas la préparation d'un mélange de plusieurs produits préalablement à la mise en oeuvre industrielle) et qui sont d'autre part stables dans le temps (c'est-à-dire d'une durée de vie supérieure 3 semaines pour s'accommoder des productions faites par campagne).

La présente invention a pour objet une composition qui satisfait aux exigences et contraintes précédemment mentionnées.

La composition de revêtement selon la présente invention est caractérisée en ce qu'elle comprend (% en poids):

- silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium 3 à 35 %
- agent de tension 0,01 % à 1 %
- eau qsp 100 %

Ledit silicate de sodium et/ou potassium et/ou lithium et ledit agent de tension sont explicités plus loin dans la présente description.

Comme précédemment indiqué, la composition de revêtement est destinée à être appliquée sur un substrat métallique. Le film humide ainsi obtenu est ensuite séché et donne naissance à un film de revêtement sec.

Sauf indication contraire, tous les pourcentages indiqués dans le cadre de la présente description sont des pourcentages exprimés en poids par rapport au poids total de ladite composition de revêtement sous forme liquide. Dans le cas contraire, les proportions des constituants sont exprimées par rapport au film sec de revêtement, c'est-à-dire en poids de matière sèche par rapport au poids total du film sec de revêtement obtenu.

La composition de revêtement contient de préférence 5 à 30 % en poids de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium, plus préférentiellement 5 à 20 % en poids de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium, encore plus préférentiellement 8 à 15 % en poids de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium.

Avantageusement, cette composition de revêtement peut-être préparée sous forme de concentrat dans lequel le pourcentage en silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium peut atteindre jusqu'à environ 40 % en poids, ou bien sous forme de poudre dans laquelle le pourcentage en silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium peut atteindre jusqu'à environ 80 % en poids.

Dans le cadre de la présente invention, le silicate de sodium peut être utilisé dans ladite composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de sodium de composition pondérale suivante :

- SiO_2 20 à 40 % en poids
- Na_2O 5 à 20 % en poids
- eau qsp 100 % en poids

Cette solution de silicate de sodium peut également contenir une faible proportion de Na_2CO_3 de l'ordre de 0,1 % en poids par rapport au poids de la solution de silicate.

Le silicate de potassium peut être utilisé dans ladite composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de potassium de composition pondérale suivante :

- SiO_2 15 à 35 % en poids
- K_2O 5 à 35 % en poids
- eau qsp 100 % en poids

Le silicate de lithium peut être utilisé dans ladite composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de lithium de composition pondérale suivante :

- SiO_2 15 à 40 % en poids
- Li_2O 1 à 10 % en poids
- eau qsp 100 % en poids

La présente invention a également pour objet le film sec de revêtement susceptible d'être obtenu à partir du procédé d'application (décrit ci-après) de la composition de revêtement sur un substrat métallique. Ce film sec de revêtement est caractérisé en ce qu'il comprend au moins 40% en poids de matière sèche de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de

lithium, de préférence entre 60% et 99,9% en poids par rapport au poids total de film sec de revêtement.

Au sens de la présente invention, on entend par « agent de tension » un additif dont la fonction est d'abaisser et de contrôler l'énergie de surface liquide de la composition (ou tension superficielle). L'énergie de surface est l'énergie nécessaire pour amener les molécules de l'intérieur du liquide de la composition à sa surface. Plus l'énergie de surface de la composition est faible, plus la mouillabilité de la surface du substrat métallique est importante. La mouillabilité est la faculté pour ledit substrat de recevoir un liquide en lui permettant de s'étaler sur la surface la plus grande possible.

L'énergie de surface de la composition est de préférence ajustée de façon à obtenir une bonne mouillabilité de la surface à revêtir dans des conditions de vitesse de ligne élevée avant que le produit ne soit figé en entrant dans la zone de séchage.

La composition de revêtement contient entre 0,01 à 1 % en poids d'un agent de tension, de préférence environ 0,1 % en poids d'un agent de tension.

On obtient ainsi avantageusement une composition de revêtement présentant une valeur de tension superficielle comprise entre 20 et 50 Dynes.cm^{-1} (20mN.m^{-1} et 50mN.m^{-1}), de préférence entre 22 et 45 Dynes.cm^{-1} (22mN.m^{-1} et 45mN.m^{-1}), plus préférentiellement entre 22 et 40 Dynes.cm^{-1} (22mN.m^{-1} et 40mN.m^{-1}).

L'agent de tension peut être ajouté séparément ou à l'occasion de l'incorporation d'un autre constituant contenant un tel agent, par exemple d'une dispersion ou d'une émulsion d'un polymère.

A titre d'exemple d'agent de tension, on mentionnera les copolymères de polypropylèneglycol et de polyéthylèneglycol (tel que le Pluronic PE 3100® fabriqués par B.A.S.F.), les résines à base de silicone (tel que le BYK348®, fabriqué par BYK), les glycols acétyléniques (tel que le Dynol604®, fabriqué par Air Products), les mélanges anioniques et non ioniques (tel que le Dapro W95 HS®, commercialisé par Elementis), les ammonium

quaternaires (tel que le Cycloquart®, fabriqué par Clariant), les alcools polyéthoxylés modifiés (tel que le Triton DF16®, fabriqué par Union Carbide), ainsi que leurs mélanges compatibles.

L'agent de tension peut être ajouté à la composition selon la présente invention sous la forme d'une solution aqueuse, d'une dispersion ou d'une émulsion dans l'eau, avec ou sans co-solvant.

Avantageusement, l'eau utilisée dans la composition de revêtement selon la présente invention subit au préalable un processus de déionisation de telle sorte que la conductivité de cette eau soit environ inférieure à 20µS/cm.

Dans ces conditions de réalisation, le pH de la composition de revêtement pourra être un pH alcalin, de préférence compris entre 11 et 13, plus préférentiellement compris entre 11 et 12.

Selon une caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre contenir un polymère dont la fonction est d'abaisser la température de transition vitreuse du film sec de revêtement.

Lorsque ladite composition est appliquée sur un substrat et qu'elle subit ensuite une opération de séchage, la présence dudit polymère confère des propriétés d'élasticité et de souplesse au film sec de revêtement ainsi obtenu. Ledit polymère permet alors de diminuer ou d'éliminer l'apparition de craquelures au niveau du film sec de revêtement, lors d'une déformation mécanique ultérieure du substrat métallique.

A titre d'exemple dudit polymère, on mentionnera en particulier les polymères ou copolymères acryliques tels que Polysol M-19® (fabriqué par SHOWA Highpolymer Co. Ltd.) ou le Rhodopas D-20 40® (fabriqué par Rhodia), les polyuréthanes, les alkydes, les esters d'époxy, ainsi que leurs mélanges compatibles.

Avantageusement, ledit polymère peut être ajouté à la composition selon la présente invention sous la forme d'une dispersion ou d'une émulsion dans l'eau ou d'une solution aqueuse, en une proportion qui permet

avantageusement d'atteindre jusqu'à 60% en poids du film sec de revêtement.

Sous cette forme, ledit polymère peut par la même occasion fournir à la composition l'agent de tension précédemment mentionné.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre contenir un additif permettant d'augmenter l'hydrophobicité du film sec de revêtement, en une proportion qui permet avantageusement d'atteindre jusqu'à 50% en poids du film sec de revêtement, de préférence jusqu'à 25% en poids du film sec de revêtement.

Cet additif est avantageusement un silane, de préférence choisi parmi les di- ou triméthoxysilanes, ou les di- ou triéthoxysilanes fonctionnalisés, ainsi que leurs mélanges. La fonctionnalité organique peut être de type vinyl, aminé ou oxyrane (époxy). De préférence, le silane est choisi parmi les silanes à fonctionnalité époxy tel que le béta-(3,4-époxycyclohéxyl)éthyltriméthoxysilane, le 4(triméthoxysilyl)butane-1,2 époxide ou le gamma-glycidoxypropyltriméthoxysilane.

Le silane peut également jouer le rôle d'un agent liant, d'un stabilisant pour la composition de revêtement et permettre d'augmenter la résistance à la corrosion du film sec de revêtement.

Ces silanes peuvent être utilisés indépendamment ou en combinaison sous forme préhydrolysée ou non.

A l'introduction du silane peut aussi être associé l'ajout de Titanate ou Zirconate pour renforcer la réticulation du système liant en fonction des caractéristiques demandées au revêtement.

L'augmentation de l'hydrophobicité du film sec de revêtement peut s'observer visuellement, notamment lors de tests de corrosion cyclique (DIN 50017KTW), par la formation de gouttelettes de vapeur d'eau condensée (provenant de l'électrolyte) moins étalées que dans le cas d'un revêtement dont le liant est seulement composé de silicate.

On suppose que l'introduction du silane dans la composition de revêtement conduit à la diminution de la perméabilité et/ou de la porosité du

film sec de revêtement à l'électrolyte, lui conférant ainsi son caractère hydrophobe.

Le caractère hydrophobe du film sec de revêtement par l'introduction du silane dans la composition de revêtement permet d'appliquer une épaisseur de film sec plus faible pour un même résultat de résistance à la corrosion.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre contenir un additif permettant de diminuer l'alcalinité libre de surface du film sec de revêtement, en une proportion qui permet avantageusement d'atteindre jusqu'à 25 % en poids du film sec de revêtement.

Cet additif est de préférence un sel de Cérium (Ce), un sel de Lanthane (La), un sel de Molybdène (Mo), l'acide molybdique, l'acide paratoluène sulfonique, ainsi que leurs sels, ou bien un polyol tel que le glycérol, ainsi que leurs mélanges.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre contenir un additif permettant d'augmenter les propriétés anticorrosion du film sec de revêtement, en une proportion qui permet avantageusement d'atteindre jusqu'à 25 % en poids du film sec de revêtement.

Cet additif est de préférence un liant minéral tel qu'un titanate ou un zirconate, ainsi que leurs mélanges.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre contenir un agent lubrifiant. A titre d'exemple d'agent lubrifiant, on mentionnera en particulier des polymères organiques synthétiques tels que le polytétrafluoroéthylène, le polyéthylène, le polyéthylèneglycol ou des polymères organiques naturels tels que la cire de Carnauba ou les paraffines, ainsi que leurs mélanges. Le lubrifiant est ajouté à la composition de revêtement en une proportion qui permet avantageusement d'atteindre jusqu'à 15 % en poids du film sec de revêtement, de préférence entre 1,5 et 15 % en poids du film sec de revêtement, plus préférentiellement entre 3 et 15 % en poids du film sec de

revêtement, encore plus préférentiellement entre 5 et 15 % en poids du film sec de revêtement.

Dans la pratique, il s'est avéré que le lubrifiant puisse nécessiter un stabilisant afin d'éviter une séparation de phases dans la composition de revêtement.

A titre d'exemple de stabilisant, on mentionnera en particulier, les argiles organophiles (naturelles ou synthétiques), les dérivés de silice, les dérivés cellulosiques, la gomme de xanthane ou les épaississants associatifs de type polyuréthane ou acrylique, ainsi que leurs mélanges.

De façon avantageuse, le stabilisant est ajouté à la composition de revêtement selon la présente invention en une proportion qui permet d'atteindre entre environ 0,1 et 5 % en poids du film sec de revêtement.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la composition de revêtement peut en outre être additionnée d'un agent anti-mousse choisi de façon compatible avec les autres constituants de la composition de revêtement et dont la quantité optimale est déterminée selon les expérimentations classiques de routine connues de l'homme du métier.

Dans les conditions de réalisation de la composition selon la présente invention, ladite composition pourra être essentiellement dépourvue de solvant organique. En effet, les solvants organiques se sont avérés, dans la pratique, peu compatibles avec les silicates de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium, constituants principaux de la composition de revêtement.

La présente invention se rapporte également à un procédé de revêtement d'un substrat métallique qui comprend l'application de la composition de revêtement préalablement décrite sur la surface dudit substrat.

Dans le cadre de la présente invention, l'application de la composition de revêtement préalablement décrite est réalisée au cours d'une opération qui consiste à déposer un film humide de ladite composition, de faible épaisseur appropriée, suivie d'une opération de séchage dudit substrat métallique ainsi revêtu, donnant naissance à un film sec de revêtement dudit substrat.

Avantageusement, l'épaisseur de film humide de la composition de revêtement déposé sur le substrat métallique est comprise entre 0,3 et 39µm, de préférence comprise entre 0,3 et 30 µm et le film humide est appliqué à raison de 0,6 à 40 g/m², de préférence de 0,6 à 24 g/m².

Le procédé objet de la présente invention peut être réalisé en ligne, après l'étape de revêtement métallique de zinc ou d'alliage à base de zinc du substrat en acier, ou sur ligne de reprise telle que sur ligne de pré-laquage (« coil-coating »).

Conformément au procédé objet de la présente invention, l'opération de dépôt du film humide de la composition de revêtement sur le substrat métallique peut être avantageusement effectuée par pulvérisation, par aspersion suivie d'une opération d'essorage, par trempage suivi d'une opération d'essorage ou au moyen d'un système d'enduction composé d'au moins un rouleau.

Dans le cas de l'aspersion ou du trempage, l'opération d'essorage permet de contrôler l'épaisseur du film humide déposé sur le substrat métallique. Cette opération d'essorage peut être avantageusement réalisée à l'aide d'un jeu de rouleaux essoreurs.

Dans un mode de réalisation avantageux de la présente invention, l'opération de séchage du substrat métallique revêtu du film humide est réalisée par chauffage du substrat métallique ou du fil humide de manière à porter ces derniers à une température comprise entre la température ambiante et 240°C. L'opération de chauffage peut être réalisée directement par induction, ou indirectement par convection ou par infra rouge. Le chauffage par convection requiert en général une durée de séchage plus longue qu'un chauffage par induction ou par infrarouge. Cette opération de séchage est avantageusement réalisée par chauffage du substrat métallique ou du film humide de manière à porter ces derniers de préférence à une température d'au moins environ 35°C pendant une durée d'au moins 2 secondes si on utilise un chauffage par convection et pendant une durée maximale de 10 secondes, de préférence de 5 secondes, plus

préférentiellement de 1 à 2 secondes, si on utilise un chauffage par induction ou par infrarouge.

Avantageusement, l'opération de séchage est conduite afin d'obtenir une épaisseur de film sec de revêtement comprise entre 0,05 et 0,80 µm, de préférence entre 0,05 et 0,60 µm et de façon à obtenir un poids de couche de film sec de revêtement compris entre 0,1 g/m² et 1,3 g/m², de préférence entre 0,2 g/m² et 1,2 g/m², plus préférentiellement entre 0,2 à 0,5 g/m².

Selon un exemple particulier du procédé objet de la présente invention, les opérations de dépôt du film humide et de séchage sont réalisées entre les opérations de revêtement métallique à base de zinc ou d'alliage de zinc du substrat en acier et de bobinage final.

La présente invention se rapporte également aux diverses utilisations de la composition de revêtement objet de la présente invention.

Selon une caractéristique de la présente invention, la composition de revêtement peut être utilisée en tant que couche de protection anti-corrosion de tôles métalliques lorsqu'elle est appliquée sur lesdites tôles. Avantageusement, ladite composition peut être utilisée en tant que couche de protection anti-corrosion de tôles métalliques destinées à être temporairement stockées.

Lorsque ladite composition de revêtement est appliquée sur un substrat métallique que l'on fait passer dans des bains de dégraissage, comme par exemple au cours d'une gamme peinture automobile, la résistance chimique de la couche de revêtement obtenue dépend de multiples paramètres, dont notamment :

- les conditions de séchage dudit substrat revêtu du film humide lors du procédé d'application de la composition de revêtement,
- la température et l'alcalinité des bains de dégraissage, ou
- le temps d'immersion du substrat dans les bains de dégraissage.

Par exemple, lors des bains de dégraissage d'une gamme peinture automobile, une couche de film de revêtement sec selon la présente invention, lorsqu'elle a été appliquée sur un substrat métallique puis séchée à 240°C, résiste complètement aux dits bains de dégraissage. En revanche,

lorsqu'elle a été séchée à 145°C, ladite couche de film de revêtement sec est partiellement solubilisée par les bains de dégraissage et lorsqu'elle a été séchée à 50°C, elle est complètement solubilisée par les bains de dégraissage.

Avantageusement, la composition de revêtement peut être utilisée en tant que couche de lubrification lorsqu'elle contient en outre un agent lubrifiant et qu'elle est appliquée sur des tôles métalliques en vue de leur mise en forme, en particulier en vue du pliage, du cintrage et de l'emboutissage desdites tôles métalliques.

Selon une autre caractéristique de la présente invention, la composition de revêtement peut être utilisée en tant qu'agent anti-empreintes digitales (« anti-fingerprint »). Dans la pratique, on a pu observer que des tôles métalliques recouvertes de la composition de revêtement objet de la présente invention peuvent être manipulées telles quelles, sans que des traces de doigts restent ultérieurement imprimées sur lesdites tôles métalliques.

Selon une autre caractéristique de la présente invention, la composition de revêtement peut être appliquée sur des pièces de substrat métallique destinées à être soudées.

Dans le cas où des films de revêtement de faible épaisseur sont appliqués, lesdits substrats ainsi revêtus conservent leur propriété de soudabilité et les opérations de soudage peuvent se faire directement.

Dans le cas où le film de revêtement est d'épaisseur plus importante, la composition de revêtement peut nécessiter l'ajout de pigments conducteurs tels que le phosphure de fer, le silicate d'ammonium, le nickel, le tungstène, le zinc (pur ou allié) et le carbone, ainsi que leurs mélanges.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lumière des exemples ci-après. Ces exemples sont donnés à titre indicatif et non limitatif.

Exemple 1 : Composition de revêtement à base de silicate de sodium (A)

Dans la composition de revêtement (A) formulée ci-après, on utilise :

- la solution de silicate de sodium (20N32®, fabriquée par Rhodia) répondant à la composition pondérale suivante :

-	SiO_2	28,6 % en poids
-	Na_2O	8,9 % en poids
-	Na_2CO_3	0,1 % en poids
-	eau	qsp 100% en poids

- l'agent de tension : Copolymère de polypropylèneglycol et de polyéthylèneglycol avec 10% de polyéthylèneglycol dans la molécule (Pluronic PE 3100® fabriqué par B.A.S.F.).

Dans un bécher de 5 litres, équipé d'un disperseur Rayneri® de type 33/300 et d'une turbine défloculeuse de diamètre 85 mm, introduire 1463,6 g d'eau déionisée, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) 4 g de Pluronic PE 3100®, laisser mélanger 10 minutes à 350 t/min, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) 2 532,4 g de solution de silicate de sodium (20N32®) et laisser mélanger 30 minutes à 350 t/min.

Composition de revêtement (A)	% massique
Silicate de sodium	23,7
Agent de tension	0,1
Eau	76,2

Exemple 2 : Composition de revêtement lubrifié à base de silicate de sodium (B)

Dans la composition de revêtement (B) formulée ci-après, on utilise :

- la solution silicate de sodium 20N32® utilisée à l'exemple 1 dans la composition (A),
- une émulsion dans l'eau à 45% en poids de matière sèche de polymère acrylique Polysol M-19®, fabriqué par SHOWA Highpolymer Co. Ltd,
- une émulsion dans l'eau à 45% en poids de matière sèche de polyéthylène MICHEM® Emulsion 45745, fabriqué par MICHELMAN,
- une dispersion dans l'eau à 41% en poids de matière sèche de polytétrafluoroéthylène MICHEM® Glide 5, fabriqué par MICHELMAN.

Dans un pot plastique de 0,8 litre équipé d'un disperseur Rayneri® de type 33/300 et d'une turbine défloculeuse de diamètre 55 mm, introduire 385,3 g d'eau déionisée, ajouter sous agitation faible (vitesse 250 t/min) 14,9 g de Polysol M-19®, mélanger 5 minutes, ajouter sous agitation faible (vitesse 250 t/min) 17,2 g de MICHEM® Emulsion 45745, mélanger 5 minutes, ajouter sous agitation faible (vitesse 250 t/min) 9,7 g de MICHEM® Glide 5, mélanger 5 minutes, ajouter sous agitation faible (vitesse 250 t/min) 172,9 g de solution de silicate de sodium (20N32®) puis laisser mélanger 30 minutes sous faible agitation (vitesse 250 t/min).

Composition de revêtement lubrifié (B)	**% massique**
Silicate de sodium	10,8
Polytétrafluoroéthylène (PTFE)	0,7
Polyéthylène (PE)	1,3
Polymère acrylique	1,1
Eau	86,1

Composition du film sec de revêtement lubrifié (B)	% exprimé en poids de matière sèche
Silicate de sodium	78
Polymère acrylique	8
PTFE et PE	14

Exemple 3 : Composition de revêtement à base de silicate de potassium (C)

Dans la composition de revêtement (C) formulée ci-après, on utilise :

- la solution de silicate de potassium (K4/2®, fabriqué par CLARIANT) répondant à la composition pondérale suivante :

- SiO_2 26,5 % en poids
- K_2O 12,9 % en poids
- eau qsp 100% en poids

- l'agent de tension Pluronic PE 3100® utilisé à l'exemple 1 dans la composition (A).

Dans un bécher de 5 litres équipé d'un disperseur Rayneri de type 33/300 et d'une turbine défloculeuse de diamètre 85 mm, introduire 1535,2 g d'eau déionisée, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) 4 g de Pluronic PE 3100®, laisser mélanger 10 minutes à 350 t/min, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) les 2460,8 g de solution de silicate de potassium K4/2® puis laisser mélanger 30 minutes à 350 t/min.

Composition de revêtement (C)	% massique
Silicate de potassium	24,2
Agent de tension	0,1
Eau	75,7

Exemple 4 : Composition de revêtement à base de silicate de lithium (D)

Dans la composition de revêtement (D) formulée ci-après, on utilise :

- la solution de silicate de lithium (KLEBOFON 3®, fabriqué par CLARIANT) répondant à la composition pondérale suivante :

- SiO_2 21 % en poids
- Li_2O 2.9 % en poids
- eau qsp 100% en poids

Dans un bécher de 5 litres équipé d'un disperseur Rayneri de type 33/300 et d'une turbine défloculeuse de diamètre 85 mm, introduire 596 g d'eau déionisée, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) 4 g de Pluronic PE 3100®, laisser mélanger 10 minutes à 350 t/min, ajouter sous agitation (vitesse 250 t/min) les 3400 g de solution de silicate de lithium KLEBOFON 3®.

Composition de revêtement (D)	% massique
Silicate de lithium	20.3
Agent de tension	0,1
Eau	79,6

Exemple 5 : Energie de surface de la composition de revêtement en fonction de l'agent de tension.

Ces tests de détermination d'énergie de surface ont été réalisés selon les normes DIN53914 ou ASTM D 971 (test selon Du Noüy).

Les tests de mesure de l'énergie de surface regroupés dans le tableau ci-dessous ont été réalisés à partir de la solution de silicate de sodium (20N32®) utilisée à l'exemple 1, à laquelle différents agents de tension ont été ajoutés.

	Agent de tension	% massique	Tension de surface (dynes/cm)
Solution (20N32®)	-	0	42 - 45
Solution (20N32®) + Agent de tension	Copolymère de polypropylèneglycol et de polyéthylèneglycol non ionique (Pluronic PE 3100®, fabriqué par B.A.S.F.)	0,1 – 0,5	36 - 38
Solution (20N32®) + Agent de tension	Polyéther modifié silicone (BYK 348®, fabriqué par BYK)	0,1 – 0,5	22 - 23
Solution (20N32®) + Agent de tension	Glycol acétylénique non ionique (Dynol 604 AIR® , fabriqué par PRODUCTS)	0,1	27 - 28
Solution (20N32®) + Agent de tension	Mélange anionique et non ionique (Dapro W95HS® commercialisé par ELEMENTIS)	0,1	27 - 29
Solution (20N32®) + Agent de tension	Ammonium quaternaire (Cycloquart® fabriqué par CLARIANT)	0,4	36 - 38
Solution (20N32®) + Agent de tension	Alcool polyéthoxylé modifié non ionique (Triton DF 16® fabriqué par UNION CARBIDE)	0,1	32 - 33

Exemple 6 : Tests de lubrification et de corrosion

6-1) Tests de lubrification

Ces tests ont été réalisés sur des échantillons de substrat métallique revêtus d'une composition selon la présente invention répondant à la composition suivante (% exprimés en poids de matière sèche par rapport au film sec de revêtement obtenu):

- 78% de silicate de sodium (à partir de la solution de silicate de sodium 20N32® de l'exemple 1),

- 8% de polymère acrylique (émulsion dans l'eau à 45% en poids de matière sèche de polymère acrylique Polysol M-19®, fabriqué par SHOWA Highpolymer Co. Ltd),
- 14% d'agent lubrifiant, dont on fait varier la nature et la composition comme décrit dans le tableau ci-dessous.

Le test consiste à soumettre l'échantillon de substrat métallique à un frottement sur une longueur d'environ 50 mm (voir figure 1).

Les échantillons sont d'un format de 50 mm x 200 mm et sont traités sur les 2 faces.

Une force latérale (F_L) est imposée à l'échantillon et celui-ci est soumis à une traction à vitesse constante de 20 mm/min. La force de traction F_T est mesurée après une distance de frottement de 50 mm.

La valeur de coefficient de frottement est exprimée par le rapport :

$$\text{Coefficient de frottement } \mu = \frac{\text{force de traction}}{\text{2 x force latérale}} = \frac{F_T}{2F_L}$$

Ce test permet de déterminer la qualité de lubrification des film de revêtements testés. Plus la valeur de μ est faible et plus la lubrification est bonne.

La température de mesure est de 21 ± 2° C.

Les poids de couche de film sec de revêtement déposé sur les échantillons de substrat métallique sont compris entre 1 et 1,2 g/m².

Les mesures reportées dans le tableau ci-dessous ont été obtenues pour une force latérale F_L de 500 daN.

L'échantillon de référence est une tôle électrozinguée (7,5 μm sur chaque face) sur laquelle une couche d'huile ANTICORRIT 4107 S® (fabricant FUCHS) à été appliquée à hauteur de 2,5 g/m² sur chacune des faces. Cette huile est largement utilisée dans l'industrie automobile en tant que lubrifiant de tôles destinées à l'emboutissage.

Composition du film sec de revêtement	**Composition de l'agent lubrifiant contenu dans la composition du film sec de revêtement (pourcentages exprimés en poids de matière sèche)**	μ
(B1)	75% PTFE 25% PEG	0,18
(B2)	50% PTFE 50% PEG	0,176
(B3)	25% PTFE 25% PEG 50% PE	0,177
(B4)	17% PTFE 50% PEG 33% PE	0,169
(B5)	34% PTFE 66% PE	0,178
(B6)	100% PEG	0,203
Echantillon de référence	-	0,425

PTFE= Polytétrafluoroéthylène

PEG= Polyéthylène glycol

PE= Polyéthylène

Les coefficients de frottement des échantillons revêtus d'un film sec de composition selon la présente invention (B1) à (B6) sont inférieurs au coefficient de frottement de l'échantillon de référence. Ceci indique que la lubrification des échantillons revêtus d'un film sec de composition selon la présente invention (B1) à (B6) est meilleure que celle de l'échantillon de référence.

6-2) Tests de corrosion

6-2-1) Tests de corrosion accélérée

	Echantillon d'acier galvanisé à chaud (10 µm) de référence	**Echantillon d'acier galvanisé à chaud (10µm) revêtu d'un film sec de revêtement selon la composition (A) avec un poids de couche égal à :**			
		0,3 g/m²	0,6 g/m²	0,9 g/m²	1,2 g/m²
Test d'humidotherme (durée 15 cycles) réalisé selon la norme DIN 50017	Rouille blanche sur 100% de la surface (après 5 cycles seulement)	Modification de l'aspect : Rouille blanche sur 70% de la surface	Pas de modification d'aspect	Pas de modification d'aspect	Pas de modification d'aspect
Test de brouillard salin (durée 48 heures) réalisé selon la norme ISO 9227	Rouille blanche sur 100% de la surface (après 24 heures seulement)	Rouille blanche sur 60% de la surface	Rouille blanche sur 20% de la surface	Rouille blanche sur moins de 5% de la surface	Pas de modification d'aspect

6-2-2) Tests de corrosion naturelle

Ces tests ont consisté à exposer des échantillons galvanisés aux intempéries naturelles dans un environnement extérieur industriel.

	Echantillon d'acier galvanisé à chaud (10 µm) de référence	**Echantillon d'acier galvanisé à chaud (10µm) revêtu d'un film sec de revêtement selon la composition (A) avec un poids de couche compris entre 0,6 et 0,9 g/m²**
Durée d'exposition extérieure: 6 mois	Modification de l'aspect : Rouille blanche sur 100% de la surface	Pas de modification d'aspect
Durée d'exposition extérieure : 9 mois	Modification de l'aspect : Rouille blanche amplifiée sur 100% de la surface	Modification d'aspect faible (léger ternissement)

Example 7 : Résultats d'une formulation comprenant un silane

Composition du revêtement (E)	**% massique**
silicate de sodium 20N32®	29,7
silane = gamma glycidoxypropyltrimethoxysilane	3,73
Pluronic PE 3100®	0,07
Eau	66,5

Test de corrosion (DIN 50017 KTW) :

Test : DIN 50017KTW (20 cycles)	Substrat en acier galvanisé à chaud (10 µm) revêtu d'un film sec de revêtement selon la composition (A) ou (E) avec un poids de couche de :		
	0,2 g/m²	0,5 g/m²	0,65 g/m²
Formulation (A)	Modification de l'aspect : rouille blanche sur 90% de la surface	Modification de l'aspect : rouille blanche sur 50% de la surface	Très légère modification de l'aspect : rouille blanche sur 15% de la surface
Formulation (E)	Très légère modification de l'aspect : rouille blanche sur 20% de la surface	Pas de modification de l'aspect	Pas de modification de l'aspect

Ces résultats montrent que la composition comprenant le silane est plus performante contre la corrosion que la composition sans silane. L'introduction de silane permet donc de diminuer les poids de couche tout en maintenant les mêmes propriétés anticorrosion.

REVENDICATIONS

1. Composition de revêtement de substrat métallique présentant une surface extérieure libre constituée par une couche de zinc ou d'alliage à base de zinc, caractérisée en ce qu'elle comprend (% en poids):

- silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium	3 % - 35 %
- agent de tension	0,01% - 1%
- eau	qsp 100 %

2. Composition de revêtement selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comprend (% en poids):

- 5 à 30% en poids, de préférence 5 à 20% en poids, plus préférentiellement 8 à 15% en poids, de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium, et/ou
- environ 0,1% en poids d'un agent de tension.

3. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le silicate de sodium est utilisé dans la composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de sodium de composition pondérale suivante:

- SiO_2	20 % - 40 %
- Na_2O	5 % - 20 %
- eau	qsp 100 %

4. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le silicate de potassium est utilisé dans la composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de potassium de composition pondérale suivante:

- SiO_2	15 % - 35 %
- K_2O	5 % - 35 %
- eau	qsp 100 %

5. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le silicate de lithium est utilisé dans la

composition sous la forme d'une solution aqueuse de silicate de lithium de composition pondérale suivante:

- SiO_2	15 % - 40 %
- Li_2O	1 % - 10 %
- eau	qsp 100 %

6. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'agent de tension est choisi parmi un copolymère de polypropylèneglycol et de polyéthylèneglycol, une résine à base de silicone, un glycol acétylénique, un mélange anionique et non ionique, un ammonium quaternaire, un alcool polyéthoxylé modifié ou un de leurs mélanges compatibles.

7. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce qu'elle présente un pH alcalin, de préférence compris entre 11 et 13, plus préférentiellement compris entre 11 et 12.

8. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendication 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un polymère dont la fonction est d'abaisser la température de transition vitreuse du film sec de revêtement, en particulier un polymère ou copolymère acrylique, un polyuréthane, un alkyde, un ester d'époxy, ou un de leurs mélanges compatibles.

9. Composition de revêtement selon la revendication 8, caractérisée en ce que ledit polymère est ajouté à ladite composition sous la forme d'une dispersion ou d'une émulsion dans l'eau ou d'une solution aqueuse.

10. Composition de revêtement selon la revendication 8, caractérisée en ce que ledit polymère est ajouté à ladite composition en une proportion qui permet d'atteindre jusqu'à 60 % en poids du film sec de revêtement.

11. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un additif permettant d'augmenter l'hydrophobicité du film sec de revêtement, en particulier un silane, en une proportion qui permet d'atteindre jusqu'à 50% en poids du film sec de revêtement.

12. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un additif permettant de diminuer l'alcalinité libre de surface du film sec de revêtement, en particulier un sel de cérium, un sel de lanthane, un sel de molybdène, l'acide molybdique, l'acide paratoluène sulfonique ou un polyol, ainsi que leurs mélanges, en une proportion qui permet d'atteindre jusqu'à 25% en poids du film sec de revêtement.

13. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un additif permettant d'augmenter les propriétés anticorrosion du film sec de revêtement, en particulier un titanate ou un zirconate, ainsi que leurs mélanges, en une proportion qui permet d'atteindre jusqu'à 25% en poids du film sec de revêtement.

14. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisée en ce qu'elle contient en outre un agent lubrifiant, en particulier le polytétrafluoroéthylène, le polyéthylène, le polyéthylèneglycol, la cire de Carnauba, ou la paraffine ainsi que leurs mélanges.

15. Composition de revêtement selon la revendication 14, caractérisée en ce que l'agent lubrifiant est ajouté à ladite composition de revêtement en une proportion qui permet d'atteindre jusqu'à 15 % en poids du film sec de revêtement, de préférence entre 1,5 et 15% en poids du film sec de revêtement, plus préférentiellement entre 3 et 15 % en poids du film sec de revêtement, encore plus préférentiellement entre 5 et 15 % en poids du film sec de revêtement.

16. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un agent anti-mousse.

17. Composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisée par une valeur de tension superficielle comprise entre $20mN.m^{-1}$ et $50mN.m^{-1}$, de préférence entre $22mN.m^{-1}$ et $45\ mN.m^{-1}$, plus préférentiellement entre $22mN.m^{-1}$ et $40\ mN.m^{-1}$.

18. Substrat métallique revêtu à l'aide d'une composition selon l'une des revendications 1 à 17.

19. Procédé d'application sur substrat métallique présentant une surface extérieure libre constituée par une couche métallique à base de zinc ou d'alliage à base de zinc, à l'aide d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce qu'il comporte une opération consistant à déposer un film humide de ladite composition, de faible épaisseur appropriée, suivie d'une opération de séchage du substrat métallique ainsi revêtu, donnant naissance à un film sec de revêtement dudit substrat.

20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que le film de la composition de revêtement est déposé sous la forme d'un film humide d'épaisseur comprise entre 0,3 µm et 39 µm, de préférence comprise entre 0,3 et 30 µm.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 et 20, caractérisé en ce que le film de la composition de revêtement est déposé sous la forme d'un film humide appliqué à raison de 0,6 g/m^2 à 40 g/m^2, de préférence de 0,6 à 24 g/m^2.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que l'opération de dépôt du film humide est effectuée par pulvérisation.

23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que l'opération de dépôt du film humide est effectuée par aspersion suivie d'une opération d'essorage du film humide déposé afin de permettre le contrôle de son épaisseur.

24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que l'opération de dépôt du film humide est effectuée par trempage suivi d'une opération d'essorage afin de contrôler l'épaisseur du film humide déposé.

25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 23 et 24, caractérisé en ce que l'opération d'essorage est réalisée à l'aide d'un jeu de rouleaux essoreurs.

26. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que l'opération de dépôt du film humide est effectuée au moyen d'un système d'enduction composé d'au moins un rouleau.

27. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 26, caractérisé en ce que l'opération de séchage est réalisée par chauffage du substrat métallique ou du film humide de manière à porter ces derniers à une température comprise entre la température ambiante et 240°C.

28. Procédé selon la revendication 27, caractérisé en ce que l'opération de séchage est réalisée par chauffage du substrat métallique ou du film humide de manière à porter ces derniers de préférence à une température d'au moins environ 35°C pendant une durée d'au moins 2 secondes si on utilise une chauffage par convection et pendant une durée maximale de 10 secondes, de préférence de 5 secondes, plus préférentiellement de 1 à 2 secondes, si on utilise un chauffage par induction ou par infrarouge.

29. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 28, caractérisé en ce que l'opération de séchage est conduite afin d'obtenir une épaisseur finale de film sec de revêtement comprise entre 0,05 µm et 0,80 µm, de préférence entre 0,05 et 0,60 µm.

30. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 29, caractérisé en ce que l'opération de séchage est conduite de façon à obtenir un poids de couche de film sec de revêtement compris entre 0,1 g/m^2 à 1,3 g/m^2, de préférence entre 0,2 g/m^2 à 1,2 g/m^2, plus préférentiellement entre 0,2 à 0,5 g/m^2.

31. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 30, caractérisé en ce que les opérations de dépôt du film humide et de séchage sont réalisées entre les opérations de revêtement métallique de zinc ou d'alliage à base de zinc dudit substrat métallique et de bobinage final.

32. Film sec de revêtement susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 31 caractérisé en ce qu'il comprend au moins 40 % en poids de matière sèche de silicate(s) de sodium et/ou de potassium et/ou de lithium, de préférence entre 60 % et 99,9 % en poids par rapport au poids total de film sec de revêtement.

33. Utilisation d'une composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 17 pour la protection anti-corrosion de tôles métalliques.

34. Utilisation d'une composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 14 et 15 pour assurer la lubrification de tôles métalliques en vue de leur mise en forme, en particulier en vue du pliage, du cintrage et de l'emboutissage desdites tôles.

35. Utilisation d'une composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 17 en tant qu'agent anti-empreintes digitales, en particulier pour des tôles métalliques utilisées telles quelles.

36. Utilisation d'une composition de revêtement selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, pour le revêtement de pièces de substrat métallique destinées à être soudées.

37. Utilisation d'une composition de revêtement selon la revendication 35 permettant un soudage direct.

38. Utilisation d'une composition de revêtement selon la revendication 36 comportant en outre des pigments conducteurs tels que du phosphure de fer, du silicate d'ammonium, du nickel, du tungstène, du zinc et du carbone dans le cas d'application de film de revêtement épais.

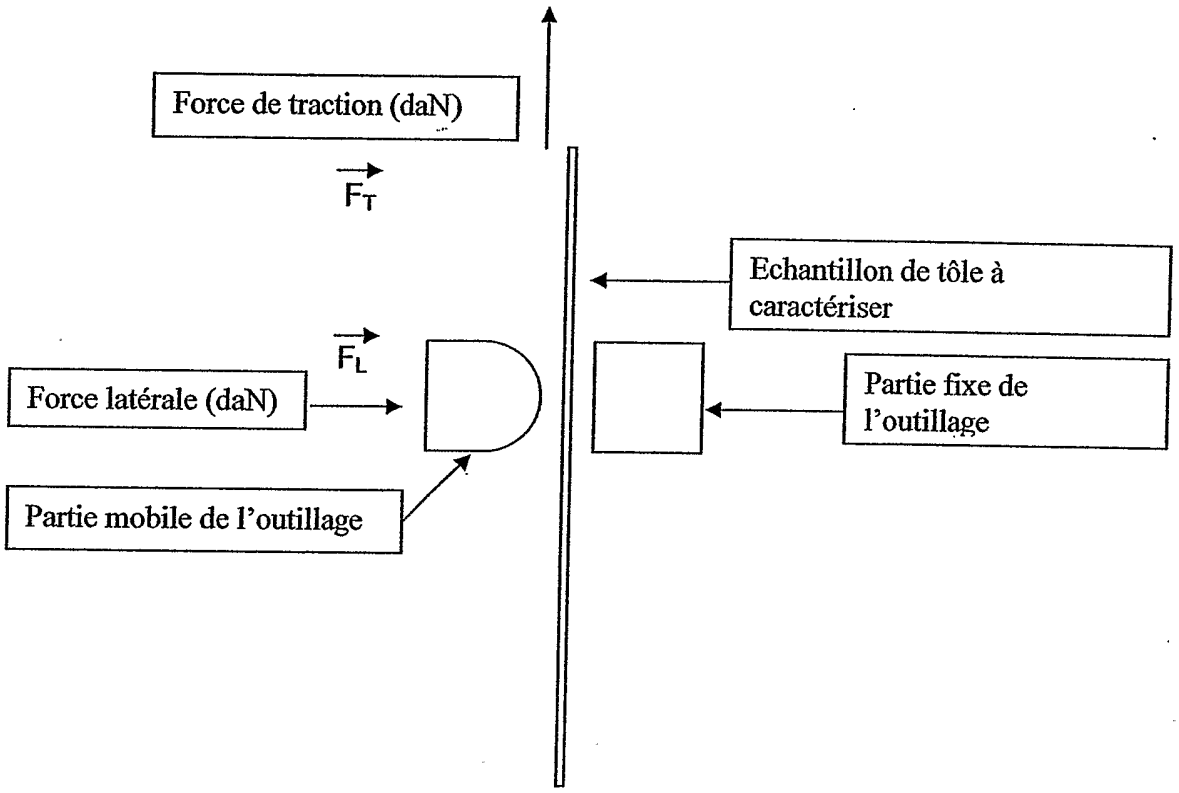

Force de traction (daN)
$\overrightarrow{F_T}$
Echantillon de tôle à caractériser
$\overrightarrow{F_L}$
Force latérale (daN)
Partie fixe de l'outillage
Partie mobile de l'outillage

FIGURE 1