

⑲ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑪ N° de publication :

2 804 130

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑫ N° d'enregistrement national :

01 01084

⑮ Int Cl⁷ : C 23 C 30/00, C 21 D 6/00

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑳ Date de dépôt : 26.01.01.

㉑ Priorité : 26.01.00 JP 00017525.

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 27.07.01 Bulletin 01/30.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *USUI KOKUSAI SANGYO KAISHA
LIMITED Société de droit japonais — JP.*

⑦② Inventeur(s) : USUI MASAYOSHI et ASADA KIKUO.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET THEBAULT SA.

⑤④ **PRODUIT D'ACIER A HAUTE RESISTANCE A LA FATIGUE ET SON PROCEDE DE FABRICATION.**

⑤⑦ - L'objet de l'invention est un produit d'acier à haute
résistance à la fatigue ayant une couche à résistance à la
fatigue accrue formée par la diffusion de nickel dans la sur-
face d'un produit à chaud contenant des inclusions non-mé-
talliques.

- Application à l'obtention de produits d'acier à haute ré-
sistance à la fatigue.

FR 2 804 130 - A1



PRODUIT D'ACIER A HAUTE RESISTANCE A LA FATIGUE ET SON PROCEDE DE FABRICATION

La présente invention a trait à un acier à haute résistance à la fatigue sous forme de billette, ou produit analogue réalisé par coulée continue, qui
5 peut être travaillé à chaud pour obtenir un tube, une barre, une tôle, etc. ... ainsi qu'à un procédé de fabrication d'un tel produit.

Une billette d'acier ou produit analogue obtenu par coulée continue est habituellement utilisée pour réaliser un tube, une barre, une tôle, etc. ..., cependant l'enlèvement de la peau ou écroûtage du produit par coupe,
10 meulage ou décapage lors du processus d'élaboration risque d'entraîner l'obtention d'un produit présentant des inclusions non-métalliques en surface ou demeurant dans une couche immédiatement en dessous de la surface, ou bien présentant de petites criques incluses ou en surface. Les inclusions non-métalliques sont principalement des oxydes, tels que Al_2O_3 et CaO ,
15 présentant un très haut degré de dureté et un faible degré d'allongement en comparaison avec l'acier. La plupart des inclusions non-métalliques et des criques ont une taille maximale d'environ 20 à 30 micromètres.

Ces inclusions et criques non-métalliques de 20 à 30 micromètres présentes à la surface de l'acier ou en profondeur réduisent la résistance à la
20 fatigue d'un tube, d'une barre, d'une tôle, etc. ... d'acier lorsqu'une charge de fatigue est appliquée sur un tel produit dans un environnement provoquant sa fatigue, du fait qu'elles concentrent la contrainte de fatigue et amorcent une rupture due à la fatigue.

Les inventeurs de la présente invention ont trouvé que les inclusions non-métalliques sont responsables de la rupture par fatigue d'un produit d'acier n'ayant aucune crique ou bien ayant seulement de petites criques non susceptibles de causer une telle rupture.

5 Les tests de rupture par fatigue qu'ils ont conduits sur un produit d'acier ayant une surface travaillée générant des criques ne dépassant pas 5 micromètres, ont donné une rupture révélant des inclusions d'une taille entre 20 et 30 micromètres et les inventeurs ont conclu que ces inclusions avaient causé la rupture par fatigue du produit. Il a été établi que la réduction
10 provoquée par des inclusions non-métalliques de la résistance à la fatigue de l'acier est due à une concentration accrue de la contrainte causée par la différence de dureté et d'allongement entre l'acier et les inclusions non-métalliques.

Par suite, l'invention vise à proposer un produit d'acier présentant une
15 haute résistance à la fatigue apte à résister à l'usage dans un environnement en réduisant l'influence des inclusions non-métalliques en surface, ou dans une couche superficielle autant que possible par un travail à chaud, tel que forgeage, laminage ou extrusion, ou écroûtage ou autres traitements.

L'invention vise également à proposer un procédé de fabrication d'un
20 produit d'acier à haute résistance à la fatigue.

A cet effet, l'invention a pour objet un produit d'acier présentant une couche à résistance à la fatigue accrue formée par diffusion à chaud à partir d'un revêtement de nickel déposé sur une surface formée à chaud, par exemple par forgeage, laminage ou extrusion, et écroûtage, et contenant des
25 inclusions non-métalliques, ou dans une couche immédiatement en dessous de la surface, ainsi qu'un procédé comprenant les étapes de dépôt de nickel dans la surface dans laquelle ou sous laquelle l'acier contient des inclusions non-métalliques, et de chauffage du nickel pour le faire diffuser dans la surface de l'acier pour former une couche à résistance à la fatigue accrue.

30 Quand un produit d'acier préparé par travail à chaud, tel que forgeage, laminage ou extrusion, a au moins une partie de sa surface soumise à un écroûtage comme cela est nécessaire pour l'obtention d'un produit final, les

inclusions non-métalliques qu'il contient sont exposées à sa surface, ou demeurent dans une couche immédiatement en dessous de la surface.

Conformément à la présente invention, par suite, la surface dans laquelle ou sous laquelle le produit contient des inclusions non-métalliques, est
5 revêtue d'une couche de nickel, et la couche de nickel est chauffée pour provoquer la diffusion du nickel en sorte de former une couche superficielle à résistance à la fatigue accrue.

Le traitement d'écroûtage peut être effectué par un procédé approprié tel que découpe, meulage, polissage, décapage, polissage chimique, polissage
10 électrolytique ou fusion.

La couche à résistance à la fatigue accrue a une dureté supérieure et un allongement inférieur à ceux de l'acier, et du fait que les inclusions non-métalliques et la surface de l'acier ont une différence moindre dans la dureté et l'allongement, la surface de l'acier présente un moindre degré de
15 concentration de contrainte de fatigue et, par suite, a une résistance à la fatigue améliorée.

La couche n'est pas particulièrement limitée en épaisseur, mais présente de préférence une épaisseur de l'ordre de 10 à 30 micromètres.

Ceci rend le produit d'acier très sûr pour un emploi même dans un
20 environnement générant une contrainte importante de fatigue.

Le procédé de l'invention peut être mis en œuvre en utilisant tout équipement existant et par suite rend possible l'élaboration d'un produit d'acier à haute résistance à la fatigue, à un faible coût.

On va maintenant décrire plus en détail l'invention à l'aide de quelques
25 exemples

EXEMPLE 1

Une barre d'acier S45C (norme industrielle japonaise) présentant un diamètre de 15 mm a été élaborée par coupe et meulage d'un produit travaillé à chaud à partir d'une billette coulée en continu, et on a revêtu sa surface
30 d'une couche de nickel formée par un procédé d'électrodéposition conventionnel, d'une épaisseur de 4 micromètres.

Ensuite, la barre a été chauffée à une température de 1 120°C pendant quatre minutes dans un four sous atmosphère de gaz inerte, et a été refroidie rapidement en sorte qu'une couche de résistance à la fatigue accrue ayant une épaisseur d'environ 20 micromètres a été constituée à la surface de la barre par suite de la diffusion du nickel dans ladite couche.

Un essai de fatigue par flexion rotative a été effectué pour comparer la barre avec une barre témoin ayant la même taille mais simplement revêtue de nickel. Alors que la rupture par fatigue est survenue dans la barre témoin à l'application de la charge répétée 4×10^6 fois, aucune rupture de la barre selon l'invention n'est apparue jusqu'à l'application de la charge répétée $1,2 \times 10^7$ fois, malgré la présence d'inclusions non-métalliques dans et sous la surface.

Ceci est dû apparemment à la réduction de la concentration de la contrainte dans la barre du fait de la couche à résistance à la fatigue accrue.

L'examen de la zone de fracture de la barre témoin révèle la présence d'inclusions non-métalliques dans la zone où s'est amorcée la rupture par fatigue.

EXEMPLE 2

Une tige d'acier S45C ayant un diamètre de 24 mm a été réalisée par coupe et meulage d'un produit forgé à chaud, et sa surface a été revêtue d'une couche de nickel formée par un procédé d'électrodéposition conventionnel et présentant une épaisseur de 3 micromètres.

Ensuite, la tige a été chauffée à une température de 1 200°C pendant deux minutes dans un four sous atmosphère de gaz inerte et a été refroidie rapidement, en sorte de former une couche de résistance à la fatigue accrue, ayant une épaisseur d'environ 18 micromètres à la surface de la tige, suite à la diffusion du nickel dans ladite couche.

Un essai de fatigue par flexion rotative a été effectué pour comparer la tige avec une tige témoin de même taille mais simplement revêtue de nickel.

Alors que la rupture par fatigue est survenue à la tige témoin à l'application de la charge répétée $4,7 \times 10^6$ fois, aucune rupture de la tige selon l'invention n'est apparue jusqu'à l'application de la charge répétée

1,2 x 10⁷ fois, malgré la présence d'inclusions non-métalliques dans et sous la surface. Ceci est dû à la réduction de la concentration de la contrainte dans la tige du fait de la couche de 18 micromètres à résistance à la fatigue accrue formée par la diffusion de nickel.

- 5 L'examen de la fracture de la tige témoin révèle la présence d'inclusions non-métalliques dans la zone où la rupture par fatigue s'est amorcée, comme ce fut le cas avec la barre témoin de l'exemple 1.

EXEMPLE 3

Un tube d'acier sans soudure ayant un diamètre extérieur de 24 mm et
10 un diamètre intérieur de 10 mm a été réalisé par coupe et meulage de la surface interne d'un tube sans soudure d'acier STS35 obtenu par travail à chaud, et sa surface interne a été revêtue d'une couche de nickel formée par un procédé conventionnel d'électrodéposition et présentant une épaisseur de 3 micromètres.

15 Ensuite, le tube a été chauffé à une température de 1 130°C pendant trois minutes dans un four sous atmosphère de gaz inerte, et a été refroidi rapidement, en sorte de former une couche à résistance à la fatigue accrue ayant une épaisseur d'environ 15 micromètres sur la surface interne du tube, suite à la diffusion du nickel dans ladite couche.

20 Une pression de fluide hydraulique variant sinusoïdalement entre une pression de base de 150 bars et une pression de pic a été appliquée dans le tube en vue de déterminer la pression de pic indiquant la limite de fatigue ou résistance.

Les résultats sont reportés dans le tableau 1 ci-après. Le tableau 1
25 indique également les résultats obtenus à partir d'un tube d'acier sans soudure témoin (1) de même dimension présentant des criques d'une dimension de 20 à 30 micromètres sur sa surface interne simplement revêtue de nickel, et un autre tube d'acier sans soudure témoin (2) de même dimension présentant de très petites criques d'environ 5 à 6 micromètres sur sa surface interne
30 simplement revêtue de nickel.

Comme il apparaît sur le tableau 1, aucune rupture par fatigue n'est survenue pour le tube selon l'invention même après application d'une pression

de pic de 1 700 bars répétée 10^7 fois, malgré la présence d'inclusions non-métalliques sur et sous la surface interne, alors qu'une pression de pic de 1 200 bars provoque la rupture du tube témoin 1 présentant des criques de 20 à 30 micromètres sur sa surface interne, et qu'une pression de pic de 1 400 bars provoque la rupture du tube témoin 2 présentant de très petites criques.

La résistance à la fatigue du tube selon l'invention a été considérée comme résultant de la réduction de la concentration de la contrainte dans sa paroi par la couche de 15 micromètres à résistance à la fatigue accrue, formée par la diffusion du nickel.

TABLEAU 1

	Dimension de crique (μm)	Couche de surface	Résultats	
			Pression de pic (bars)	Rupture
Invention	5-6	Couche à résistance à la fatigue accrue ayant une épaisseur d'environ 15 μm	1 700	Pas de rupture malgré l'application de la charge répétée 10^7 fois
Tube témoin	1	Revêtement de nickel	1 200	Oui
	2	Revêtement de nickel	1 400	Oui

RE V E N D I C A T I O N S

1. Produit d'acier à haute résistance à la fatigue ayant une couche à résistance à la fatigue accrue formée par la diffusion de nickel dans la surface d'un produit à chaud contenant des inclusions non-métalliques.

5 2. Procédé pour la fabrication d'un produit d'acier à haute résistance à la fatigue caractérisé par les étapes de :

- revêtement par du nickel de la surface d'un produit d'acier travaillé à chaud et contenant des inclusions non-métalliques exposées dans au moins une partie de sa surface et,

10 - chauffage dudit produit revêtu de nickel afin de provoquer la diffusion dudit nickel pour former une couche en surface à résistance à la fatigue accrue.

3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que ledit produit travaillé à chaud est une barre.

15 4. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que le produit travaillé à chaud est un tube.