

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 319 726 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
18.06.2003 Bulletin 2003/25

(51) Int Cl.7: **C21D 8/02**, C22C 38/04,
C22C 38/14, C22C 38/12,
C22C 38/02

(21) Numéro de dépôt: **02293071.3**

(22) Date de dépôt: **12.12.2002**

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

(30) Priorité: **14.12.2001 FR 0116186**

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

(72) Inventeurs:
• **Moulin, Antoine**
57000 Metz (FR)

• **Christen, Jean-Luc**
57970 Yutz (FR)
• **Faral, Odile**
57070 Metz (FR)

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

(54) **Procédé de fabrication de tôles laminées à froid à très haute résistance d'aciers dual phase micro-alliés**

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication de tôle d'acier dual phase laminée à froid possédant une résistance supérieure à 600 MPa, dont la composition comprend (teneurs exprimées en % en poids) : 0,05% $\leq C \leq 0,5\%$, $1\% \leq Mn \leq 2,5\%$, $0,05\% \leq Si \leq 1,5\%$, $0,01\% \leq Al \leq 1,5\%$, $Cr \leq 0,75\%$, $S \leq 0,01\%$, $P \leq 0,1\%$, $N < 0,01\%$ et comportant comme élément d'alliage du titane ($0,01\% \leq Ti - 3,4N \leq 0,20\%$) ou du zirconium ($0,01\% < Zr - 6,5N < 0,15\%$) ou du niobium ($0,01\% \leq Nb - 6,5N \leq 0,15\%$) ou du vanadium ($0,01\% \leq V - 3,6N \leq 0,2\%$), ou une combinaison de titane avec ces deux derniers

éléments. Une brique d'acier de la composition ci-dessus est réchauffée à une température comprise entre 1000 et 1250°C, laminée jusqu'à une température supérieure ou égale à Ar3, puis la tôle est refroidie à une vitesse $V_R \geq 10^\circ C/s$, bobinée à une température comprise entre 400 et 700°C. Après laminage à froid, on effectue un recuit à une température comprise entre Ac1 et 810°, suivi d'un refroidissement dont la vitesse est supérieure à 2°C/s.

EP 1 319 726 A1

Description

[0001] La présente invention concerne les tôles en acier dual-phase laminées à froid.

[0002] Dans le domaine de l'automobile, les aciers dual-phase (c'est à dire à structure mixte ferrite-martensite-austénite) ont connu un grand développement car ils allient une résistance très élevée à des possibilités importantes de déformation. Leur limite d'élasticité à l'état de livraison est relativement basse comparée à la valeur de résistance à la rupture, ce qui leur confère un rapport limite d'élasticité/résistance très favorable lors des opérations de formage. On peut réaliser ainsi des formes de pièces aussi complexes qu'avec des aciers conventionnels, mais avec des propriétés mécaniques beaucoup plus élevées, ce qui autorise une diminution d'épaisseur pour tenir un cahier des charges fonctionnel identique. De la sorte, ces aciers sont une réponse efficace aux exigences d'allègement et de sécurité des véhicules. Dans le domaine des tôles laminées à froid (épaisseur allant de 0.5 à 3 mm), ce type d'aciers trouve notamment application pour des éléments tels que pièces de renfort, pièces d'absorption d'énergie en cas de choc.

[0003] Le niveau de résistance des aciers dual-phase dépend étroitement de la proportion de martensite et d'austénite. En l'absence de refroidissement très rapide après laminage à chaud sur les lignes de fabrication, il est nécessaire d'augmenter la teneur en éléments d'addition si l'on souhaite accroître la proportion de martensite. Cette démarche trouve cependant ses limites dans la mesure où des additions excessives d'éléments d'alliage réduisent la ductilité à chaud (et donc les possibilités de fabrication au train à bandes à chaud), diminuent la soudabilité et la revêtabilité, et favorisent la formation de structures en bandes.

[0004] Une solution consiste donc à superposer au durcissement d'origine microstructurale (proportion plus ou moins importante de martensite) un durcissement par précipitation de carbonitrides dans la matrice ferritique.

[0005] Déjà connue dans le domaine des aciers dual phase laminés à chaud, cette approche l'est cependant beaucoup moins pour les produits laminés à froid et recuits. Le document EP 0 969 112 A1 décrit par exemple un procédé de production d'acier dual phase micro-allié laminé à chaud ou à froid, reposant en particulier sur une température de bobinage inférieure à 350°C. Cette gamme de températures basses présente cependant l'inconvénient d'entraîner la formation de phases dures, bainitiques ou martensitiques, nécessitant des efforts plus importants lors du laminage à froid ultérieur. A capacités de laminage données, on comprend donc que cette solution présente l'inconvénient de limiter la gamme d'épaisseur accessible par la fabrication.

[0006] Le but de la présente invention est de proposer un procédé de fabrication d'aciers dual-phase à résistance supérieure à 600 MPa, laminés à froid avec recuit continu ou recuit de galvanisation ou recuit d'aluminage, ne présentant pas les inconvénients mentionnés précédemment.

[0007] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication de tôle d'acier dual-phase laminée à froid possédant une résistance supérieure à 600 MPa : On réchauffe à une température supérieure à 1000°C et inférieure à 1250°C une brame d'acier dont la composition chimique comprend : (teneurs exprimées en poids) $0,05\% \leq C \leq 0,5\%$, $1\% \leq Mn \leq 2,5\%$, $0,05\% \leq Si \leq 1,5\%$, $0,01\% \leq Al \leq 1,5\%$, $Cr \leq 0,75\%$, $S \leq 0,01\%$, $P \leq 0,1\%$, $N \leq 0,01\%$ et au moins un élément d'alliage choisi parmi Ti, Nb, Zr, V, satisfaisant à : $0,01\% \leq (Ti-3,4N) \leq 0,2\%$, $0,01\% \leq (Nb-6,5N) \leq 0,15\%$, $0,01\% \leq (Zr-6,5N) \leq 0,15\%$, $0,01\% \leq (Ti + Nb -3,4 N) \leq 0,35\%$, $0,01\% \leq (V -3,6 N) \leq 0,20\%$, $0,01\% < (Ti + V -3,4N) \leq 0,40\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration. On lamine à chaud cette brame de telle sorte que la température de fin de laminage soit supérieure ou égale à Ar3. On refroidit la tôle ainsi obtenue à une vitesse v_R telle que $v_R \geq 10^\circ C/s$, puis on la bobine à une température comprise entre 400 et 700°. Après laminage à froid de la tôle, celle-ci est soumise à un recuit continu associé ou non à un cycle de galvanisation ou d'aluminage.

[0008] Selon une autre caractéristique de l'invention, la température de recuit est comprise entre Ac1 et 810°C.

[0009] Selon une autre caractéristique de l'invention, la vitesse de refroidissement après recuit est supérieure à 2°C/s.

[0010] L'invention va maintenant être décrite de façon plus précise, mais non limitative, en considérant ses différents éléments caractéristiques:

[0011] La fabrication d'aciers dual-phase laminés à froid puis recuits comporte un certain nombre d'étapes successives : réchauffage des brames, laminage à chaud, refroidissement après laminage, bobinage, laminage à froid, recuit. Des phénomènes de dissolution-précipitation, éventuellement de transformation de phases ou de recristallisation, peuvent intervenir au cours de ces différentes étapes. Si l'obtention de hautes caractéristiques mécaniques passe par un durcissement microstructural et par micro-alliage le plus important possible, son optimisation doit être considérée de manière globale et non sur chacune de ces différentes étapes prises individuellement.

[0012] Les inventeurs ont mis en évidence de façon nouvelle qu'un durcissement optimal est obtenu dans les conditions suivantes :

- En fin de laminage à chaud, il convient de ne pas tirer le plein parti de l'affinement de grain potentiel lié à une précipitation massive des éléments de micro-alliage. Au contraire, ceux-ci doivent être maintenus en solution solide afin de favoriser leur précipitation au niveau du recuit continu. Une précipitation trop importante des éléments de micro-alliage au stade du laminage à chaud conduirait à un grossissement et/ou à une coalescence des pré-

cipités au maintien lors du recuit, ce qui ferait chuter rapidement le durcissement structural en décaissant.

- Le meilleur compromis (résistance mécanique-allongement) après laminage à froid et recuit est obtenu en observant des conditions de recuit qui correspondent notamment à une précipitation fine des éléments de micro-alliage dans la ferrite ainsi qu'à une recristallisation pratiquement complète, ce qui est obtenu en minimisant la température de recuit continu.

[0013] Différents éléments doivent être pris en considération en ce qui concerne la composition des aciers mis en oeuvre dans l'invention :

- Le carbone est un élément qui joue un rôle primordial sur la formation de la microstructure. Au-dessous de 0,05%, la trempabilité est cependant insuffisante pour obtenir les caractéristiques de haute résistance souhaitées. Au-delà de 0,5%, les propriétés d'emboutissabilité et de soudabilité sont très limitées.
- Outre un effet durcissant par solution solide, le manganèse est un élément qui stabilise l'austénite et procure une trempabilité satisfaisante. Une teneur minimale de 1% est nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques désirées. Cependant, au-delà de 2,5%, son caractère gammagène conduit à la formation trop marquée d'une structure en bandes.
- Le silicium est un élément participant à la désoxydation de l'acier liquide et au durcissement en solution solide. De plus, cet élément joue un rôle important en empêchant la précipitation des carbures et en favorisant donc la formation de phase martensitique. Il joue un rôle effectif au-delà de 0,05%. Cependant, au-delà d'une teneur en Si de 1,5%, la formation d'oxydes adhérents à la surface des produits devient excessive, et la soudabilité est réduite.
- Le chrome est également un élément qui procure une trempabilité importante en stabilisant l'austénite. Au-delà de 0,75%, on observe une augmentation du risque de poudrage lors de l'emboutissage, ainsi qu'une dégradation du compromis entre la résistance et la ductilité.
- L'aluminium est un élément efficace pour la désoxydation de l'acier liquide. De plus, cet élément joue un rôle important en empêchant la précipitation des carbures et en favorisant donc la formation des phases martensitiques. Il joue un rôle effectif au-delà de 0,01%. Au-delà de 1,5% la soudabilité est dégradée.
- Au-delà d'une teneur en soufre de 0,01%, la ductilité est réduite en raison de la présence excessive de sulfures qui diminuent l'aptitude à la déformation, en particulier lors de l'essai d'expansion de trou.
- Le phosphore est un élément qui diminue l'aptitude au soudage par points et la ductilité à chaud, particulièrement en raison de son aptitude à la ségrégation ou à la co-ségrégation avec le manganèse. Pour ces raisons, sa teneur doit être limitée à 0,1%.
- Le titane, avec le niobium, le vanadium et le zirconium, fait partie de la catégorie des éléments de micro-alliage, éléments efficaces même pour de faibles quantités ajoutées (quelques 10^{-3} à quelques $10^{-2}\%$). Il peut précipiter sous diverses formes: TiN, TiC, Ti(CN)... Cet élément est notamment utile pour le piégeage de l'azote, le contrôle de la forme des sulfures et de la taille de grains au réchauffage avant laminage. La composition de l'invention, combinée avec le schéma de fabrication exposé plus loin, permet d'obtenir les résultats suivants:
 - Un maintien de la précipitation fine de TiN et de Ti(CN) lors du réchauffage des brames avant laminage à une température inférieure à 1250°C, ce qui permet de contrôler la taille du grain austénitique.
 - Une limitation de la précipitation du titane sous forme de TiC lors du laminage à chaud, du refroidissement et du bobinage à chaud dans les conditions exposées plus loin.
 - Une optimisation de la précipitation du titane restant lors d'une éventuelle précipitation ultérieure lors du recuit continu.
- La précipitation des TiN, se produisant à un stade très en amont du procédé, n'aura aucun pouvoir durcissant dans l'acier final. Il convient donc d'ajouter le titane en surstoéchiométrie par rapport à N, pour garantir que tout le titane ne sera pas piégé sous forme de TiN. Le titane libre, c'est-à-dire non piégé sous forme de TiN, est égal à $(\text{Ti} - 3,4\text{N})$. Ainsi, on limitera d'une part la teneur en N à 0,01%, et on s'assurera d'autre part que la teneur en titane libre est supérieure à 0,01% pour garantir le durcissement souhaité sous forme de TiC.
- Il convient cependant de ne pas dépasser une teneur en titane libre de 0,20%, pour laquelle il se forme des nitrures de titane grossiers précipités dès l'état liquide, qui tendent à réduire la ductilité.
- Le zirconium est très efficace pour former de fins précipités de Zr(CN) dans l'austénite ou dans la ferrite lors du laminage à chaud, ou encore lors du maintien au recuit dans une gamme de température voisine de l'intervalle de transformation intercritique. La présente invention vise à éviter la précipitation complète du zirconium après bobinage et à favoriser la précipitation du zirconium résiduel lors du recuit continu. Cet effet ne peut être obtenu que si une quantité suffisante de zirconium libre (n'ayant pas précipité sous forme de ZrN) est présente, soit quand $(\text{Zr} - 6,5\text{N}) \geq 0,01\%$. Cependant, lorsque la quantité de zirconium libre est supérieure à 0,15 %, on assiste à une

précipitation importante de carbonitrides lors du laminage, ce qui diminue la teneur en Zr libre avant recuit continu et réduit la possibilité d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées du fait de la diminution de la trempabilité. De plus, une quantité excessive en zirconium libre dégradant la soudabilité, il convient de limiter celle-ci à 0,15%.

- Le niobium est très efficace pour former de fins précipités de Nb(CN) dans l'austénite ou dans la ferrite lors du laminage à chaud, ou encore lors du maintien au recuit dans une gamme de température voisine de l'intervalle de transformation intercritique. En tant qu'élément de micro-alliage, le niobium peut être utilisé seul, ou en combinaison avec le titane. Dans le premier cas, la présente invention vise à éviter la précipitation complète du niobium après bobinage et à favoriser la précipitation du niobium résiduel lors du recuit continu. Cet effet ne peut être obtenu que si une quantité suffisante de niobium libre, non combiné à l'azote, est présente, soit quand $(Nb - 6,5N) \geq 0,01\%$. Cependant, lorsque la quantité de niobium libre est supérieure à 0,15%, on assiste à une précipitation importante de carbonitrides lors du laminage, ce qui diminue la teneur en Nb libre avant recuit continu et réduit la possibilité d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées du fait de la diminution de la trempabilité. De plus, une quantité excessive en niobium libre dégradant la soudabilité, il convient de limiter celle-ci à 0,15%.

- Une combinaison du titane et du niobium est particulièrement intéressante en vue de la fabrication d'aciers dual-phase laminés à froid à haute résistance. En association avec les caractéristiques du procédé décrites plus loin, il est alors possible :

- de limiter la croissance du grain lors du réchauffage avant laminage, grâce aux précipités stables de nitrures de titane.

- Grâce à la faculté du titane à précipiter facilement au début du laminage sous forme de TiC, d'abaisser la teneur en carbone en solution solide, et donc de réduire la possibilité de précipitation du niobium. Ce dernier élément peut alors être utilisé pour obtenir un durcissement structural plus efficace lors du recuit après laminage à froid. De la sorte, la précipitation de titane protégera et décalera la précipitation de niobium jusqu'au recuit continu. Ces effets ne peuvent être obtenus que la teneur totale en titane et en niobium non liés à l'azote est suffisante, c'est à dire lorsque $(Ti + Nb - 3,4N)$ est supérieur à 0,01%. Cette quantité doit cependant être limitée à 0,35% afin de garantir une bonne soudabilité et d'assurer que la recristallisation intervient de façon pratiquement complète lors du recuit.

- Le vanadium est très efficace pour former de fins précipités de V(CN) dans l'austénite ou dans la ferrite lors du laminage à chaud, ou encore lors du maintien au recuit dans une gamme de température voisine de l'intervalle de transformation intercritique. La présente invention vise à éviter la précipitation complète du vanadium après bobinage et à favoriser la précipitation du vanadium résiduel lors du recuit continu. Cet effet ne peut être obtenu que si une quantité suffisante de vanadium libre (n'ayant pas précipité sous forme de VN, exprimé par la quantité : $(V - 3,6N)$) est présente, soit quand $V \geq 0,01\%$. La teneur en azote, quant à elle, doit être limitée à 0,01% pour éviter la formation de nitrures grossiers.

Cependant, lorsque la quantité de vanadium libre est supérieure à 0,20 %, on assiste à une précipitation importante de carbonitrides lors du laminage et du bobinage, ce qui diminue la teneur en V libre avant recuit continu et réduit la possibilité d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées du fait de la diminution de la trempabilité. De plus, une quantité en vanadium excessive dégradant la soudabilité, il convient de limiter celle-ci à 0,20%.

- Le vanadium est sensiblement plus soluble dans l'austénite que le titane, le niobium ou le zirconium. Sa précipitation intervient donc faiblement lors du laminage à chaud, mais plus fortement à des températures plus basses, typiques du bobinage (vers 500-700°C) qui correspondent en pratique au « nez » de précipitation de V(CN). Dans un acier contenant seulement du vanadium comme élément de micro-alliage, une large partie du V risque d'être précipitée au bobinage et de coalescer ultérieurement sans effet bénéfique lors du recuit après laminage à froid. Une amélioration de la solution avec V seul est d'utiliser cet élément conjointement avec le titane dans les conditions du procédé détaillé ci-dessous : en effet, comme dans le cas du niobium, la présence de titane permet d'accroître la solubilité du vanadium lors de la phase de fabrication à chaud, puis de favoriser la précipitation du titane et du vanadium lors de la phase de recuit après laminage. Ces effets ne peuvent être obtenus que si la teneur totale en titane et en vanadium non liés à l'azote est suffisante, c'est à dire lorsque $(Ti + V - 3,4N)$ est supérieur à 0,01%. Cette quantité doit cependant être limitée à 0,40% afin de garantir une bonne soudabilité et d'assurer que la recristallisation intervient de façon pratiquement complète lors du recuit.

[0014] Les conditions de mise en oeuvre du procédé de l'invention sont les suivantes :

- Des brames d'acier sont tout d'abord réchauffées à une température comprise entre 1000 et 1250°C. Le réchauffage des brames a pour but d'atteindre en tout point les domaines de température favorables aux fortes déformations que va subir l'acier lors du laminage, ainsi que de remettre en solution les carbures formés après solidification. Cependant, si la température de réchauffage est trop importante, les grains austénitiques croissent de façon in-

désirable. Dans ce domaine de température, les seuls précipités susceptibles de contrôler efficacement la taille du grain austénitique sont les nitrures de titane, et il convient de limiter la température de réchauffage à 1250°C afin de maintenir une précipitation fine des TiN et un grain austénitique fin à ce stade.

- Afin de précipiter le moins possible d'éléments de micro-alliage (tout particulièrement le niobium et le titane) à ce stade, la température de fin de laminage doit être supérieure à la température de transformation ferritique A_{r3} . Outre l'intérêt d'utiliser le potentiel d'une précipitation ultérieure lors du recuit, la limitation de la précipitation sous forme de carbures lors du laminage à chaud présente l'avantage de réduire les efforts de laminage à chaud ou à froid.
- La vitesse de refroidissement après laminage doit être supérieure à 10°C/s pour éviter une précipitation des éléments de micro-alliage, notamment de NbC.
- Pour des raisons similaires, la température de bobinage doit être inférieure à 700°C afin d'éviter que celle-ci ne corresponde à un domaine de précipitation intense du niobium ou du vanadium. Celle-ci doit être supérieure à 400°C pour ne pas former des phases durcissantes en quantité excessive.
- Le laminage à froid sera réalisé dans des conditions identiques à celles des aciers conventionnels, par exemple avec un taux de réduction compris entre 30 et 80%.
- La température de maintien au recuit continu doit être peu élevée afin de précipiter les carbonitrures très finement dans la ferrite, et située au-dessus de $Ac1$ afin de former une proportion d'austénite favorable à la formation de phases durcissantes après refroidissement. La troisième condition est de pratiquer ce maintien à une température supérieure à la température de recristallisation de l'acier afin de relaxer l'énergie interne stockée lors du laminage à froid. La combinaison de ces trois conditions permet d'obtenir simultanément un optimum de durcissement structural par la précipitation et de trempabilité de l'austénite intercritique, trempabilité due à l'effet d'épinglage des fins précipités. On aboutit ainsi à une combinaison résistance-allongement optimale. En fonction des propriétés souhaitées, on pourra adapter la température de maintien au-dessus de $Ac1$ et de la température de recristallisation. Elle ne doit pas être toutefois supérieure à 810°C sous peine de perdre le bénéfice lié à la structure formée grâce à la présente invention.
- La vitesse de refroidissement après maintien au recuit doit être supérieure à 2°C/s pour assurer la transformation de l'austénite intercritique en martensite ou sa stabilisation éventuelle jusqu'à température ambiante. Il est à noter que de faibles vitesses de refroidissement (de 2 à 5°C/s) sont envisageables grâce à la trempabilité induite par la fine microstructure de précipitation formée.

[0015] La présente invention va être maintenant illustrée à partir des exemples suivants :

Exemple 1: Le tableau 1 indique la composition chimique d'un acier correspondant au domaine de l'invention (analyse en % pondéral)

[0016]

Tableau 1 :

Composition chimique d'acier conforme à la présente invention								
C	Mn	Si	S	P	Al	Cr	Nb	N
0,08	1,9	0,35	0,002	0,007	0,035	0,2	0,032	0,002

[0017] Après réchauffage à 1100°C, cet acier a été laminé à chaud jusqu'à une épaisseur de 3 mm, avec une température de fin de laminage de 910°C (nota : $Ar3=820^{\circ}C$ pour cet acier) et une vitesse de refroidissement de 25°C/s après laminage. Une partie des tôles d'acier a été bobinée à une température de 500°C, une autre partie à 700°C.

[0018] Les tôles obtenues ont été ensuite laminées à froid jusqu'à une épaisseur de 0,7mm. Elles ont été soumises à un recuit continu soit à 770°C, 790°C, ou 810°C (nota : $Ac1=700^{\circ}C$) pendant 3 minutes, puis refroidies à 20°C/s.

[0019] Le tableau 2 indique les caractéristiques de résistance à la rupture en traction obtenues après mise en oeuvre de l'invention, par comparaison avec un procédé de fabrication selon l'art antérieur. Dans le tableau, T_{bob} et T_m désignent respectivement les températures de bobinage après laminage à chaud, et de recuit après laminage à froid.

	$T_m = 770^\circ\text{C}$	$T_m = 790^\circ\text{C}$	$T_m = 810^\circ\text{C}$
$T_{\text{bob}} = 500^\circ\text{C}$	$R_m = 1000 \text{ MPa} (\blacklozenge)$	$R_m = 950 \text{ MPa} (\blacklozenge)$	$R_m = 870 \text{ MPa}$
$T_{\text{bob}} = 700^\circ\text{C}$	$R_m = 650 \text{ MPa}$	$R_m = 700 \text{ MPa}$	$R_m = 710 \text{ MPa}$

Tableau 2 : Résistance à la rupture en traction sur tôle laminée à froid et recuite. Les résultats désignés par ($\blacklozenge$) correspondent aux conditions de l'invention

[0020] A composition d'acier donnée, il apparaît ainsi clairement que la mise en oeuvre de l'invention permet un gain de résistance très significatif par rapport à un procédé conventionnel (par exemple $T_{\text{bob}}=700^\circ\text{C}$, $T_m=810^\circ\text{C}$). En effet :

- A température de recuit donnée, le choix adéquat de la température de bobinage permet un gain de 160 à 350 MPa sur la résistance.
- A température de bobinage donnée, l'accroissement de la résistance peut atteindre 130 MPa grâce à une sélection de la température de recuit selon l'invention proposée.

Exemple 2 :

[0021] Un second exemple illustre les avantages présentés par l'invention : Des tôles d'aciers dual-phase laminées à froid, dont la composition figure au tableau 3, ont été fabriquées.

Tableau 3 :

Composition chimique d'aciers (analyses en % pondéral) utilisés pour la fabrication de tôles dual phase laminées à froid										
Acier	Caractéristiques	C	Mn	Si	S	P	Al	Ti	Nb	N
A	Référence	0,25	1,8	0,45	0,001	0,01	0,03	(*)	(*)	0,002
B		0,3	1,85	0,45	0,001	0,01	0,03	(*)	(*)	0,002
C		0,35	1,85	0,45	0,001	0,01	0,03	(*)	(*)	0,002
D	Invention	0,15	1,9	0,35	0,001	0,01	0,03	0,1		0,002
E		0,15	1,9	0,35	0,001	0,01	0,03	0,085	0,015	0,002

(*) : Élément non-conforme à l'invention

[0022] Dans ce tableau, les aciers D et E correspondent aux conditions de l'invention. Les aciers A à C, sans élément de micro-alliage, ont été pris comme référence. On observera que la teneur en carbone et en silicium de ces derniers aciers est notablement supérieure à celle des aciers de l'invention.

[0023] Après réchauffage à 1250°C , ces aciers ont été laminés à chaud jusqu'à une épaisseur de 3 mm, avec une température de fin de laminage de 910°C (note : $\text{Ar}3 \leq 820^\circ\text{C}$ pour ces aciers), une vitesse de refroidissement de 25°C/s après laminage. Les tôles d'aciers ont été bobinées à 500°C . Dans un cas particulier (acier D), on a également effectué un bobinage à une température de 180°C , c'est-à-dire en dehors des conditions définies par l'invention.

[0024] Les tôles ont été ensuite laminées à froid jusqu'à une épaisseur de 1 mm, soumises à un recuit continu à 770°C (note : $\text{Ac}1=700^\circ\text{C}$) pendant 3 minutes puis refroidies à 20°C/s .

[0025] Le tableau 4 illustre les propriétés mécaniques de traction (résistance à la rupture, allongement) mesurées sur les tôles ainsi fabriquées ($T_{\text{bob}}=500^\circ\text{C}$)

Tableau 4 :

Propriétés mécaniques des aciers du tableau 3 mesurées sur tôles laminées à froid et recuites			
Acier	Caractéristiques	Rm (MPa)	A (%)
A	Référence	830	14
B		900	12
C		1075	8,5
D	Invention	1050	9
E		1050	14

[0026] Il apparaît nettement que la maîtrise du durcissement par précipitation grâce au procédé dévoilé par l'invention permet d'obtenir des caractéristiques mécaniques identiques, à analyse beaucoup moins chargée. Ainsi, les teneurs en carbone et en silicium peuvent être abaissées respectivement de 0,2 et 0,1%, tout en gardant des caractéristiques mécaniques similaires. Cet abaissement est bien entendu très favorable aux différentes propriétés de fabrication ou de mise en oeuvre (emboutissabilité, soudabilité...)

[0027] Pour un niveau de résistance comparable (aciers C et E), l'invention permet d'obtenir des caractéristiques d'allongement supérieures, ce qui contribue donc significativement à l'allègement des structures lors de la mise en oeuvre.

[0028] Par ailleurs, dans le cas de l'acier D, les niveaux de résistance mécanique obtenus sur tôles à chaud sont les suivantes :

- Dans le cas d'un bobinage à chaud à 500°C (invention): Rm= 800 MPa
- Dans le cas d'un bobinage à 180°C (référence) : Rm= 960 MPa

[0029] La facilité de laminage à froid diminuant avec Rm, la mise en oeuvre de l'invention permet une réduction des efforts de laminage et donc d'accroître la gamme d'épaisseur accessible lors de la fabrication.

Revendications

1. Procédé de fabrication de tôle d'acier dual-phase laminée à froid possédant une résistance supérieure à 600 MPa, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$0,05\% \leq C \leq 0,5\%$
 $1\% \leq Mn \leq 2,5\%$
 $0,05\% \leq Si \leq 1,5\%$
 $0,01\% \leq Al \leq 1,5\%$
 $Cr \leq 0,75\%$
 $S \leq 0,01\%$
 $P \leq 0,1\%$
 $N \leq 0,01\%$

et au moins un élément d'alliage pris parmi Ti, Nb, Zr et V, satisfaisant à

$0,01\% \leq (Ti-3,4N) \leq 0,2\%$
 $0,01\% \leq (Nb-6,5N) \leq 0,15\%$
 $0,01\% \leq (Zr-6,5N) \leq 0,15\%$
 $0,01\% \leq (Ti + Nb -3,4 N) \leq 0,35\%$
 $0,01\% \leq (V -3,6 N) \leq 0,20\%$
 $0,01\% < (Ti + V -3,4N) \leq 0,40\%$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration, caractérisé en ce que :

EP 1 319 726 A1

- On réchauffe à une température supérieure à 1000°C et inférieure à 1250°C une brame d'acier de composition ci-dessus,
- On lamine à chaud ladite brame, la température de fin de laminage à chaud étant supérieure ou égale à la température de transformation Ar3,
- On refroidit la tôle ainsi obtenue à une vitesse $v_R \geq 10^\circ\text{C/s}$,
- On bobine ladite tôle à une température T_{bob} telle que $400^\circ\text{C} \leq T_{\text{bob}} \leq 700^\circ\text{C}$,
- On lamine à froid ladite tôle,
- On soumet ladite tôle laminée à froid à un recuit continu ou recuit de galvanisation ou recuit d'aluminage.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la température de maintien au recuit T_m est telle que : $Ac1 \leq T_m < 810^\circ\text{C}$.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 **caractérisé en ce que** la vitesse de refroidissement après recuit v_R est telle que : $v_R \geq 2^\circ\text{C/s}$.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 02 29 3071

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
X	EP 0 969 112 A (NIPPON STEEL CORP) 5 janvier 2000 (2000-01-05) * revendications 1-12 * * exemples 1,2 * * tableaux 1-8 * ---	1-3	C21D8/02 C22C38/04 C22C38/14 C22C38/12 C22C38/02
X	US 4 314 862 A (SUDO MASATOSHI ET AL) 9 février 1982 (1982-02-09) * revendications 1-8 * * colonne 1, ligne 1 - colonne 6, ligne 35 * * tableau 1 * ---	1-3	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 03, 30 mars 2000 (2000-03-30) -& JP 11 350038 A (NKK CORP), 21 décembre 1999 (1999-12-21) * abrégé * ---	1-3	
A	FR 2 790 009 A (LORRAINE LAMINAGE) 25 août 2000 (2000-08-25) * revendications 1-16 * * tableaux 1-8 * ---	1-3	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7) C21D C22C
A	EP 1 041 167 A (KAWASAKI STEEL CO) 4 octobre 2000 (2000-10-04) * revendications 1-23 * * tableaux 1-9 * ---	1-3	
A	EP 0 475 096 A (KAWASAKI STEEL CO) 18 mars 1992 (1992-03-18) * tableaux 1-12 * * tableaux 1-6 * ---	1-3	
		-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 20 mars 2003	Examineur Vlassi, E
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 02 29 3071

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
A	GB 2 071 144 A (BRITISH STEEL CORP) 16 septembre 1981 (1981-09-16) * revendications 1-8 * * page 1, ligne 1 - page 2, ligne 65 * -----	1-3	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 20 mars 2003	Examineur Vlassi, E
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03.02 (P04C02)

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

EP 02 29 3071

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

20-03-2003

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0969112	A	05-01-2000	JP 11036039 A	09-02-1999
			JP 11061327 A	05-03-1999
			JP 11080878 A	26-03-1999
			AU 717294 B2	23-03-2000
			AU 6311898 A	12-10-1998
			EP 0969112 A1	05-01-2000
			CN 1251140 T	19-04-2000
			JP 10317096 A	02-12-1998
			WO 9841664 A1	24-09-1998
			TW 426742 B	21-03-2001
			AU 716203 B2	24-02-2000
			AU 5576798 A	18-08-1998
			CN 1246161 T	01-03-2000
			EP 0974677 A1	26-01-2000
			WO 9832889 A1	30-07-1998
US 4314862	A	09-02-1982	JP 1169241 C	30-09-1983
			JP 56069359 A	10-06-1981
			JP 57061819 B	27-12-1982
JP 11350038	A	21-12-1999	AUCUN	
FR 2790009	A	25-08-2000	FR 2790009 A1	25-08-2000
EP 1041167	A	04-10-2000	CA 2310335 A1	06-04-2000
			EP 1041167 A1	04-10-2000
			US 6410163 B1	25-06-2002
			CN 1286730 T	07-03-2001
			JP 2000169934 A	20-06-2000
			WO 0018976 A1	06-04-2000
			JP 2000212648 A	02-08-2000
EP 0475096	A	18-03-1992	AU 641040 B2	09-09-1993
			AU 8247491 A	20-02-1992
			CA 2049378 A1	18-02-1992
			CA 2082807 A1	14-09-1992
			DE 69130555 D1	14-01-1999
			DE 69130555 T2	10-06-1999
			EP 0475096 A1	18-03-1992
			EP 0535238 A1	07-04-1993
			ES 2125856 T3	16-03-1999
			WO 9216669 A1	01-10-1992
			JP 3299287 B2	08-07-2002
			JP 5005156 A	14-01-1993
			US 5582658 A	10-12-1996
			KR 199457 B1	15-06-1999

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

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

EP 02 29 3071

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

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

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

20-03-2003

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2071144 A	16-09-1981	EP 0033600 A2	12-08-1981
		JP 56150135 A	20-11-1981
		US 4407680 A	04-10-1983

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