

(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
15 novembre 2012 (15.11.2012)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2012/153013 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C21D 6/00 (2006.01) *C22C 38/04* (2006.01)
C21D 8/02 (2006.01) *C22C 38/38* (2006.01)
C21D 9/46 (2006.01) *B62D 29/00* (2006.01)
C22C 38/02 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2012/000156

(22) Date de dépôt international :
20 avril 2012 (20.04.2012)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
PCT/FR2011/000295 12 mai 2011 (12.05.2011) FR

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

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **ZHU, Kangying** [CN/FR]; 42 rue Charles Woirhay, F-57000 Metz (FR). **BOUAZIZ, Olivier** [FR/FR]; 19, rue Mozart, F-57000 Metz (FR).

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

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

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

Publiée :

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

(54) Title : METHOD FOR THE PRODUCTION OF MARTENSITIC STEEL HAVING A VERY HIGH YIELD POINT AND SHEET OR PART THUS OBTAINED

(54) Titre : PROCÉDE DE FABRICATION D'ACIER MARTENSITIQUE A TRES HAUTE LIMITE ELASTIQUE TOLE OU PIECE AINSI OBTENUE.

(57) Abstract : The invention relates to a method for the production of a martensitic steel sheet having a yield point greater than 1300 MPa. The method comprises the following steps consisting in: supplying a semi-finished steel product having a composition containing, expressed as weight percent, $0.15\% \leq C \leq 0.40\%$, $1.5\% \leq Mn \leq 3\%$, $0.005\% \leq Si \leq 2\%$, $0.005\% \leq Al \leq 0.1\%$, $S \leq 0.05\%$, $P \leq 0.1\%$, $0.025\% \leq Nb \leq 0.1\%$ and, optionally, $0.01\% \leq Ti \leq 0.1\%$, $0\% \leq Cr \leq 4\%$, $0\% \leq Mo \leq 2\%$, $0.0005\% \leq B \leq 0.005\%$, $0.0005\% \leq Ca \leq 0.005\%$, the remainder of the composition being formed by iron and the inevitable impurities resulting from production; heating the semi-finished product to a temperature T_1 between 1050°C and 1250°C and, subsequently, subjecting the heated semi-finished product to rough rolling at a temperature T_2 between 1050 and 1150°C, with a cumulative reduction rate ϵ_a greater than 100%, such as to obtain a sheet having an austenitic structure that is not totally recrystallised, with an average grain size of less than 40 micrometres and preferably less than 5 micrometres; and cooling the sheet, such as to prevent the transformation of the austenite, at a rate V_{R1} greater than 2°C/s to a temperature T_3 between 970°C and Ar3+30°C, and, subsequently, subjecting the cooled sheet to final hot rolling at temperature T_3 , with a cumulative reduction rate ϵ_b greater than 50%, such as to obtain a sheet that is then cooled at a rate V_{R2} above the critical cooling rate.

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication d'une tôle d'acier martensitique à limite d'élasticité supérieure à 1300 MPa, comprenant les étapes selon lesquelles on approvisionne un demi-produit d'acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en pourcentage pondéral, $0,15\% \leq C \leq 0,40\%$, $1,5\% \leq Mn \leq 3\%$, $0,005\% \leq Si \leq 2\%$, $0,005\% \leq Al \leq 0,1\%$, $S \leq 0,05\%$, $P \leq 0,1\%$, $0,025\% \leq Nb \leq 0,1\%$, et optionnellement : $0,01\% \leq Ti \leq 0,1\%$, $0\% \leq Cr \leq 4\%$, $0\% \leq Mo \leq 2\%$, $0,0005\% \leq B \leq 0,005\%$, $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration. On réchauffe le demi-produit à une température T_1 comprise entre 1050°C et 1250°C, puis on effectue un laminage de dégrossissage dudit demi-produit réchauffé, à une température T_2 comprise entre 1050 et 1150°C, avec un taux de réduction ϵ_a cumulé supérieur à 100% de façon à obtenir une tôle avec une structure austénitique non

[Suite sur la page suivante]

WO 2012/153013 A1



totale­ment recris­ta­lis­see de taille moyenne de grain inférieure à 40 micromètres et préférentiellement à 5 micromètres. On refroidit la tôle de façon à éviter une trans­for­ma­tion de l'austénite, à une vitesse V_{R1} supérieure à 2°C/s jusqu'à une température T_3 comprise entre 970°C et $Ar3+30^\circ C$, puis on effectue un laminage à chaud de finition à la température T_3 , de ladite tôle refroidie, avec un taux de réduction cumulé ϵ_b supérieur à 50% de façon à obtenir une tôle, puis on refroidit la tôle à une vitesse V_{R2} supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique.

**PROCEDE DE FABRICATION D'ACIER MARTENSITIQUE A TRES HAUTE LIMITE
ELASTIQUE ET
TOLE OU PIECE AINSI OBTENUE.**

5 L'invention concerne un procédé de fabrication de tôles en acier à structure martensitique avec une résistance mécanique supérieure à celle qui pourrait être obtenue par un simple traitement de refroidissement rapide avec trempe martensitique, et des propriétés de résistance mécanique et d'allongement permettant leur application à la fabrication de pièces à absorption d'énergie
10 dans les véhicules automobiles.

Dans certaines applications, on cherche à réaliser des pièces à partir de tôle en acier à très haute résistance mécanique. Ce type de combinaison est particulièrement désirable dans l'industrie automobile où l'on recherche un allègement significatif des véhicules. Ceci peut être notamment obtenu grâce
15 à l'utilisation de pièces d'aciers à très hautes caractéristiques mécaniques dont la microstructure est martensitique. Des pièces anti-intrusion, de structure ou participant à la sécurité des véhicules automobiles telles que : traverses de pare-choc, renforts de portière ou de pied milieu, bras de roue, nécessitent par exemple de telles caractéristiques. Leur épaisseur est
20 préférablement inférieure à 3 millimètres.

On cherche à obtenir des tôles avec une résistance mécanique encore supérieure. Il est bien connu la possibilité d'augmenter la résistance mécanique d'un acier à structure martensitique au moyen d'une addition de carbone. Cependant, cette teneur en carbone plus élevée diminue l'aptitude
25 au soudage des tôles ou des pièces fabriquées à partir de ces tôles, et accroît le risque de fissuration lié à la présence d'hydrogène.

On cherche donc à disposer d'un procédé de fabrication de tôles d'acier ne présentant pas les inconvénients ci-dessus, qui seraient dotées d'une résistance à la rupture supérieure de plus de 50 MPa à celle que l'on pourrait
30 obtenir grâce à une austénitisation suivie d'une simple trempe martensitique de l'acier en question. Les inventeurs ont mis en évidence que, pour des teneurs en carbone allant de 0,15 à 0,40% en poids, la résistance à la rupture en traction R_m de tôles d'aciers fabriquées par austénitisation totale suivie

COPIE DE CONFIRMATION

d'une simple trempe martensitique, ne dépendait pratiquement que de la teneur en carbone et était reliée à celle-ci avec une très bonne précision, selon l'expression (1) : $R_m \text{ (mégapascals)} = 3220(C) + 908$.

Dans cette expression, (C) désigne la teneur en carbone de l'acier exprimée en pourcentage pondéral. A teneur en carbone C donnée d'un acier, on cherche donc un procédé de fabrication permettant d'obtenir une résistance à la rupture supérieure de 50 MPa à l'expression (1), c'est à dire une résistance supérieure à $3220(C) + 958$ MPa pour cet acier. On cherche à disposer d'un procédé permettant la fabrication de tôle à très haute limite d'élasticité, c'est à dire supérieure à 1300 MPa. On cherche également à disposer d'un procédé permettant la fabrication de tôles utilisables directement, c'est à dire sans nécessité impérative d'un traitement de revenu après trempe.

Ces tôles doivent être soudables par les procédés usuels et ne pas comporter d'additions coûteuses d'éléments d'alliage.

La présente invention a pour but de résoudre les problèmes évoqués ci-dessus. Elle vise en particulier à mettre à disposition des tôles avec une limite d'élasticité supérieure à 1300 MPa, une résistance mécanique en traction, exprimée en mégapascals, supérieure à $(3220(C) + 958)$ MPa, et de préférence un allongement total supérieur à 3%.

Dans ce but, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier martensitique à limite d'élasticité supérieure à 1300 MPa, comprenant les étapes successives et dans cet ordre selon lesquelles :

- on approvisionne un demi-produit d'acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,15\% \leq C \leq 0,40\%$, $1,5\% \leq Mn \leq 3\%$, $0,005\% \leq Si \leq 2\%$, $0,005\% \leq Al \leq 0,1\%$, $S \leq 0,05\%$, $P \leq 0,1\%$, $0,025\% \leq Nb \leq 0,1\%$ et optionnellement : $0,01\% \leq Ti \leq 0,1\%$, $0\% \leq Cr \leq 4\%$, $0\% \leq Mo \leq 2\%$, $0,0005\% \leq B \leq 0,005\%$, $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

- on réchauffe le demi-produit à une température T_1 comprise entre 1050°C et 1250°C, puis

- on effectue un laminage de dégrossissage du demi-produit réchauffé, à une température T_2 comprise entre 1050 et 1150°C, avec un taux de réduction ϵ_a

cumulé supérieur à 100% de façon à obtenir une tôle avec une structure austénitique non totalement recristallisée de taille moyenne de grain inférieure à 40 micromètres, puis

- on refroidit non complètement la tôle jusqu'à une température T_3 comprise entre 970°C et $Ar3+30^\circ C$, de façon à éviter une transformation de l'austénite, à une vitesse V_{R1} supérieure à 2°C/s, puis
- on effectue un laminage à chaud de finition à la température T_3 , de la tôle non complètement refroidie, avec un taux de réduction cumulé ϵ_b supérieur à 50% de façon à obtenir une tôle, puis
- on refroidit la tôle à une vitesse V_{R2} supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique.

Selon un mode préféré, la taille moyenne de grains austénitiques est inférieure à 5 micromètres.

Préférentiellement, on soumet la tôle à un traitement thermique ultérieur de revenu à une température T_4 comprise entre 150 et 600°C pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes.

L'invention a également pour objet une tôle d'acier non revenue de limite d'élasticité supérieure à 1300 MPa, obtenue par un procédé selon l'un des modes de fabrication ci-dessus, de structure totalement martensitique, présentant une taille moyenne de lattes inférieure à 1,2 micromètre, le facteur d'allongement moyen des lattes étant compris entre 2 et 5.

L'invention a encore pour objet une tôle d'acier obtenue par le procédé avec traitement de revenu ci-dessus, l'acier ayant une structure totalement martensitique avec une taille moyenne de lattes inférieure à 1,2 micromètre, le facteur d'allongement moyen des lattes étant compris entre 2 et 5.

La composition des aciers mis en œuvre dans le procédé selon l'invention va maintenant être détaillée :

Lorsque la teneur en carbone de l'acier est inférieure à 0,15% en poids, la trempabilité de l'acier est insuffisante et il n'est pas possible d'obtenir une structure totalement martensitique compte tenu du procédé mis en œuvre. Lorsque cette teneur est supérieure à 0,40%, les joints soudés réalisés à partir de ces tôles ou de ces pièces présentent une ténacité insuffisante. La teneur optimale en carbone pour la mise en œuvre de l'invention est

comprise entre 0,16 et 0,28%.

Le manganèse abaisse la température de début de formation de la martensite et ralentit la décomposition de l'austénite. Afin d'obtenir des effets suffisants, la teneur en manganèse ne doit pas être inférieure à 1,5%. Par ailleurs, lorsque la teneur en manganèse dépasse 3%, des zones ségréguées sont présentes en en quantité excessive ce qui nuit à la mise en œuvre de l'invention. Une gamme préférentielle pour la mise en œuvre de l'invention est 1,8 à 2,5%Mn.

La teneur en silicium doit être supérieure à 0,005% de façon à participer à la désoxydation de l'acier en phase liquide. Le silicium ne doit pas excéder 2% en poids en raison de la formation d'oxydes superficiels qui réduisent notablement la revêtabilité, dans le cas où on souhaiterait revêtir la tôle par passage dans un bain métallique de revêtement, notamment par galvanisation en continu.

La teneur en aluminium de l'acier selon l'invention n'est pas inférieure à 0,005% de façon à obtenir une désoxydation suffisante de l'acier à l'état liquide. Lorsque la teneur en aluminium est supérieure à 0,1% en poids, des problèmes de coulée peuvent apparaître. Il peut également se former des inclusions d'alumine en quantité ou en taille trop importantes qui jouent un rôle néfaste sur la ténacité.

Les teneurs en soufre et en phosphore de l'acier sont respectivement limitées à 0,05 et 0,1% pour éviter une réduction de ductilité ou de la ténacité des pièces ou des tôles fabriquées selon l'invention.

L'acier contient également du niobium en quantité comprise entre 0,025 et 0,1%, et optionnellement du titane en quantité comprise entre 0,01 et 0,1%.

Ces additions de niobium et éventuellement de titane permettent la mise en œuvre du procédé selon l'invention en retardant la recristallisation de l'austénite à haute température et permettent d'obtenir une taille de grain suffisamment fine à haute température.

Le chrome et le molybdène sont des éléments très efficaces pour retarder la transformation de l'austénite et peuvent être utilisés optionnellement pour la mise en œuvre de l'invention. Ces éléments ont pour effet de séparer les domaines de transformation ferrito-perlitique et bainitique, la transformation

ferrito-perlitique intervenant à des températures supérieures à la transformation bainitique. Ces domaines de transformation se présentent alors sous forme de deux « nez » bien distincts dans un diagramme de transformation isotherme (Transformation-Température-Temps)

- 5 La teneur en chrome doit être inférieure ou égale à 4%. Au delà de cette teneur, son effet sur la trempabilité est pratiquement saturé ; une addition supplémentaire est alors coûteuse sans effet bénéfique correspondant.

La teneur en molybdène ne doit cependant pas excéder 2% en raison de son coût excessif.

- 10 A titre optionnel, l'acier peut également contenir du bore : en effet, la déformation importante de l'austénite peut accélérer la transformation en ferrite au refroidissement, phénomène qu'il convient d'éviter. Une addition de bore, en quantité comprise entre 0,0005 et 0,005% en poids permet de se prémunir d'une transformation ferritique précoce.

- 15 A titre optionnel, l'acier peut également contenir du calcium en quantité comprise entre 0,0005 et 0,005% : en se combinant avec l'oxygène et le soufre, le calcium permet d'éviter la formation d'inclusions de grande taille qui sont néfastes pour la ductilité des tôles ou des pièces ainsi fabriquées.

Le reste de la composition de l'acier est constitué de fer et d'impuretés

20 inévitables résultant de l'élaboration.

- Les tôles d'acier fabriquées selon l'invention sont caractérisées par une structure totalement martensitique en lattes d'une grande finesse : en raison du cycle thermomécanique et de la composition spécifiques, la taille moyenne des lattes martensitiques est inférieure à 1,2 micromètre et leur facteur
- 25 d'allongement moyen est compris entre 2 et 5. Ces caractéristiques microstructurales sont déterminées par exemple en observant la microstructure par Microscopie Electronique à Balayage au moyen d'un canon à effet de champ (technique « MEB-FEG ») à un grandissement supérieur à 1200x, couplé à un détecteur EBSD (« Electron Backscatter
- 30 Diffraction »). On définit que deux lattes contigües sont distinctes lorsque leur désorientation est supérieure à 5 degrés. La taille moyenne de lattes est définie par la méthode des intercepts connue en elle-même : on évalue la taille moyenne des lattes interceptées par des lignes définies de façon

aléatoire par rapport à la microstructure. La mesure est réalisée sur au moins 1000 lattes martensitiques de façon à obtenir une valeur moyenne représentative. La morphologie des lattes individualisées est ensuite déterminée par analyse d'images au moyen de logiciels connus en eux-mêmes : on détermine la dimension maximale $l_{\max}$ et minimale $l_{\min}$ de chaque latte martensitique et son facteur d'allongement $\frac{l_{\max}}{l_{\min}}$. Afin d'être statistiquement représentative, cette observation porte sur au moins 1000 lattes martensitiques. Le facteur d'allongement moyen $\overline{\frac{l_{\max}}{l_{\min}}}$ est ensuite déterminé pour l'ensemble de ces lattes observées.

10 Le procédé de fabrication de tôles laminées à chaud selon l'invention comporte les étapes suivantes :

On approvisionne tout d'abord un demi-produit d'acier dont la composition a été exposée ci-dessus. Ce demi-produit peut se présenter par exemple sous forme de brame issue de coulée continue, de brame mince, ou de lingot. A titre d'exemple indicatif, une brame de coulée continue a une épaisseur de l'ordre de 200mm, une brame mince une épaisseur de l'ordre de 50-80mm. On réchauffe ce demi-produit à une température T_1 comprise entre 1050°C et 1250°C. La température T_1 est supérieure à A_{c3} , température de transformation totale en austénite au chauffage. Ce réchauffage permet donc d'obtenir une austénitisation complète de l'acier ainsi que la dissolution d'éventuels carbonitrides de niobium existant dans le demi-produit. Cette étape de réchauffage permet également de réaliser les différentes opérations ultérieures de laminage à chaud qui vont être présentées : on effectue un laminage dit de dégrossissage du demi-produit : ce laminage de dégrossissage est effectué à une température T_2 comprise entre 1050 et 1150°C. Le taux de réduction cumulé des différentes étapes de laminage au dégrossissage est noté ϵ_a . Si e_{ia} désigne l'épaisseur du demi-produit avant le laminage à chaud de dégrossissage et e_{fa} l'épaisseur de la tôle après ce laminage, on définit le taux de réduction cumulé par $\epsilon_a = \ln \frac{e_{ia}}{e_{fa}}$. Selon l'invention, le taux de réduction ϵ_a doit être supérieur à 100%, c'est-à-dire

supérieur à 1. Dans ces conditions de laminage, la présence de niobium, et optionnellement de titane, retarde la recristallisation et permet d'obtenir une austénite non totalement recristallisée à haute température. La taille moyenne de grain austénitique ainsi obtenue est inférieure à 40 micromètres, voire à 5
5 micromètres lorsque la teneur en niobium est comprise entre 0,030 et 0,050%. Cette taille de grain peut être mesurée par exemple grâce à des essais où l'on trempe directement après laminage la tôle. On observe ensuite une coupe polie et attaquée de celle-ci, l'attaque étant effectuée grâce à un réactif connu en lui-même, tel que par exemple le réactif de Béchet-Beaujard
10 qui révèle les anciens joints de grains austénitiques.

On refroidit ensuite non complètement, c'est à dire jusqu'à une température intermédiaire T_3 , la tôle à une vitesse V_{R1} supérieure à 2°C/s, de façon à éviter une transformation et une éventuelle recristallisation de l'austénite puis on effectue un laminage à chaud de finition de la tôle avec un taux de
15 réduction cumulé ε_b supérieur à 50%. Si e_{i2} désigne l'épaisseur de la tôle avant le laminage de finition et e_{f2} l'épaisseur de la tôle après ce laminage, on définit le taux de réduction cumulé par $\varepsilon_b = \ln \frac{e_{ib}}{e_{fb}}$. Ce laminage de finition est

effectué à une température T_3 comprise entre 970 et $Ar3+30^\circ C$, $Ar3$ désignant la température de début de transformation de l'austénite au
20 refroidissement. Ceci permet d'obtenir à l'issue du laminage de finition une austénite déformée à grains fins, celle-ci n'ayant pas tendance à recristalliser. On refroidit ensuite cette tôle à une vitesse V_{R2} supérieure à la vitesse de trempe critique martensitique et l'on obtient ainsi une tôle caractérisée par une structure martensitique très fine dont les propriétés mécaniques sont
25 supérieures à celles que l'on peut obtenir par un simple traitement thermique de trempe.

Bien que le procédé ci-dessus décrive la fabrication de tôles, c'est à dire de produits plats, à partir de brames, l'invention n'est pas limitée à cette géométrie et à ce type de produits, et peut être aussi adaptée à la fabrication
30 de produits longs, de barres, profilés, par des étapes successives de déformation à chaud.

Les tôles d'acier peuvent être utilisées telles quelles ou soumises à un traitement thermique de revenu effectué à une température T_4 comprise entre 150 et 600°C pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes. Ce traitement de revenu a généralement pour effet d'augmenter la ductilité au
 5 prix d'une diminution de la limite d'élasticité et de la résistance. Les inventeurs ont cependant mis en évidence que le procédé selon l'invention, qui confère une résistance mécanique en traction d'au moins 50 MPa plus élevée que celle obtenue après trempe conventionnelle, conservait cet avantage même après un traitement de revenu avec des températures allant
 10 de 150 à 600°C. Les caractéristiques de finesse de la microstructure sont conservées par ce traitement de revenu.

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

15 Exemple :

On a approvisionné des demi-produits d'acier dont les compositions, exprimées en teneurs pondérales (%) sont les suivantes :

	C	Mn	Si	Cr	Mo	Al	S	P	Nb	Ti	B	Ca
A	0,27	1,91	0,01	0,01	0,01	0,03	0,003	0,020	0,042	0,010	0,0016	0,001
B	0,198	1,94	0,01	1,909	0,01	0,03	0,003	0,020	<u>0,003</u>	0,012	0,0014	0,0004

Les valeurs soulignées sont non-conformes à l'invention

20 Des demi-produits de 31mm d'épaisseur ont été réchauffés et maintenus 30 minutes à une température T_1 de 1250°C puis soumis à un laminage en 4 passes à une température T_2 de 1100°C avec un taux de réduction cumulé ε_1 de 164%, soit jusqu'à une épaisseur de 6mm. A ce stade, à haute température après dégrossissage, la structure est totalement austénitique,
 25 non complètement recristallisée avec une taille moyenne de grain de 30 micromètres. Les tôles ainsi obtenues ont été ensuite refroidies à la vitesse de 3°C/s jusqu'à une température T_3 comprise entre 955°C et 840°C, cette dernière température étant égale à $Ar3+60^\circ C$. Les tôles ont été laminées dans cette gamme de température en 5 passes avec un taux de réduction
 30 cumulé ε_b de 76%, soit jusqu'à une épaisseur de 2,8mm, puis refroidies

ensuite jusqu'à la température ambiante avec une vitesse de 80°C/s de façon à obtenir une microstructure complètement martensitique.

Par comparaison, des tôles d'aciers de composition ci-dessus ont été chauffées à une température de 1250°C, maintenues 30 minutes à cette température puis refroidies à l'eau de façon à obtenir une microstructure complètement martensitique (condition de référence)

Au moyen d'essais de traction, on a déterminé la limite d'élasticité R_e , la résistance à la rupture R_m et l'allongement total A des tôles obtenues par ces différents modes de fabrication. On a également fait figurer la valeur estimée de la résistance après trempe martensitique simple (3220(C)+908 (MPa), ainsi que la différence ΔR_m entre cette valeur estimée et la résistance effectivement mesurée.

Acier	Essai	Température de réduction T_3 (°C)	R_e (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	3220 (C)+908 (MPa)	ΔR_m (MPa)
A	A1	955	1410	1840	5,2	1777	63
	A2	860	1584	1949	4,9	1777	172
B	B1	840	<u>1270</u>	1692	6,5	1545	147
	B2	<u>Sans</u>	<u>1223</u>	1576	6,9	1545	<u>31</u>

Conditions d'essais et résultats mécaniques obtenus

Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

15

L'acier B ne contient pas suffisamment de niobium : on n'atteint alors pas une limite d'élasticité de 1300MPa, aussi bien après trempe martensitique simple (essai B2) que dans le cas d'un laminage avec dégrossissage et finissage à la température T_3 (essai B1)

20 Dans le cas de l'essai B2 (trempe martensitique simple), on observe que la valeur de la résistance estimée (1545MPa) à partir de l'expression (1) est voisine de celle déterminée expérimentalement (1576MPa)

On a également observé la microstructure des tôles obtenues par Microscopie Electronique à Balayage au moyen d'un canon à effet de champ (technique « MEB-FEG ») et détecteur EBSD, et quantifié la taille moyenne

25

des lattes de la structure martensitique ainsi que leur facteur d'allongement moyen $\frac{\overline{l_{\max}}}{l_{\min}}$.

Dans les essais A1 et A2, le procédé selon l'invention permet d'obtenir une structure martensitique avec une taille moyenne de lattes de 0,9 micromètre et un facteur d'allongement de 3. Cette structure est nettement plus fine que
5 celle observée après simple trempe martensitique, dont la taille moyenne de lattes est de l'ordre de 2 micromètres.

Dans les essais A1 et A2 selon l'invention, les valeurs de ΔR_m sont respectivement de 63 et de 172 MPa respectivement. Le procédé selon
10 l'invention permet donc d'obtenir des valeurs de résistance mécanique significativement supérieures à celles qui seraient obtenues par une trempe martensitique simple. Dans le cas de l'essai A2 par exemple, cette augmentation de résistance (172 MPa) est équivalente à celle qui serait obtenue, d'après la relation (1), grâce à une trempe martensitique simple
15 appliquée à des aciers dans lesquels une addition supplémentaire de 0,05% environ aurait été réalisée. Une telle augmentation de la teneur en carbone aurait cependant des conséquences néfastes vis-à-vis de la soudabilité et de la ténacité, alors que le procédé selon l'invention permet d'accroître la résistance mécanique sans ces inconvénients.

20 Les tôles fabriquées selon l'invention, en raison de leur teneur en carbone plus faible, présentent une bonne aptitude au soudage par les procédés usuels, en particulier au soudage par résistance par points. Elles présentent également une bonne aptitude à être revêtues, par exemple par galvanisation ou aluminage au trempé en continu.

25 Ainsi, l'invention permet la fabrication de tôles ou nues ou revêtues à très hautes caractéristiques mécaniques, dans des conditions économiques très satisfaisantes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier martensitique à limite
5 d'élasticité supérieure à 1300 MPa, comprenant les étapes successives et dans cet ordre selon lesquelles :

- on approvisionne un demi-produit d'acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids,

$$0,15\% \leq C \leq 0,40\%$$

10 $1,5\% \leq Mn \leq 3\%$

$$0,005\% \leq Si \leq 2\%$$

$$0,005\% \leq Al \leq 0,1\%,$$

$$S \leq 0,05\%$$

$$P \leq 0,1\%$$

15 $0,025\% \leq Nb \leq 0,1\%$

et optionnellement :

$$0,01\% \leq Ti \leq 0,1\%$$

$$0\% \leq Cr \leq 4\%$$

$$0\% \leq Mo \leq 2\%$$

20 $0,0005\% \leq B \leq 0,005\%,$

$$0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%,$$

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

- on réchauffe ledit demi-produit à une température T_1 comprise entre
25 1050°C et 1250°C, puis

- on effectue un laminage de dégrossissage dudit demi-produit réchauffé, à une température T_2 comprise entre 1050 et 1150°C, avec un taux de réduction ε_a cumulé supérieur à 100% de façon à obtenir une tôle avec une structure austénitique non totalement recristallisée de taille moyenne
30 de grain inférieure à 40 micromètres, puis

- on refroidit non complètement ladite tôle jusqu'à une température T_3 comprise entre 970°C et $\text{Ar3}+30^{\circ}\text{C}$, à une vitesse V_{R1} supérieure à 2°C/s , puis
 - on effectue un laminage à chaud de finition à ladite température T_3 , de ladite tôle non complètement refroidie, avec un taux de réduction cumulé ε_b supérieur à 50% de façon à obtenir une tôle, puis
 - on refroidit ladite tôle à une vitesse V_{R2} supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique.
- 10 2 Procédé de fabrication d'une tôle d'acier selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite taille moyenne de grain austénitique est inférieure à 5 micromètres.
- 15 3 Procédé de fabrication d'une tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on soumet ladite tôle à un traitement thermique ultérieur de revenu à une température T_4 comprise entre 150 et 600°C pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes
- 20 4 Tôle d'acier de limite d'élasticité supérieure à 1300 MPa , obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, de structure totalement martensitique, présentant une taille moyenne de lattes inférieure à $1,2\text{ micromètre}$, le facteur d'allongement moyen desdites lattes étant compris entre 2 et 5
- 25 5 Tôle d'acier obtenue par un procédé selon la revendication 3, de structure totalement martensitique, présentant une taille moyenne de lattes inférieure à $1,2\text{ micromètre}$, le facteur d'allongement moyen desdites lattes étant compris entre 2 et 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2012/000156

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C21D6/00 C21D8/02 C21D9/46 C22C38/02 C22C38/04
C22C38/38 B62D29/00

ADD.

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C21D C22C B62D

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

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

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2010 132945 A (NIPPON STEEL CORP) 17 June 2010 (2010-06-17)	4,5
A	abstract; tables 1,2 -----	1-3
X	US 2010/230016 A1 (KUMAGAI TATSUYA [JP]) 16 September 2010 (2010-09-16) abstract paragraph [0071] - paragraph [0076] tables 1,3 paragraph [0054] paragraph [0057] the whole document -----	1-5
A	EP 2 290 116 A1 (NIPPON STEEL CORP [JP]) 2 March 2011 (2011-03-02) paragraphs [0056] - [0060] -----	1-5



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

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

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

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

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

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

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

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

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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 June 2012

Date of mailing of the international search report

02/07/2012

Name and mailing address of the ISA/

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

Authorized officer

Ugarte, Eva

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2012/000156

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2010132945	A	17-06-2010	NONE

US 2010230016	A1	16-09-2010	AU 2009294126 A1 25-03-2010
			CN 101835918 A 15-09-2010
			EP 2267177 A1 29-12-2010
			JP 4538094 B2 08-09-2010
			KR 20100060020 A 04-06-2010
			TW 201016863 A 01-05-2010
			US 2010230016 A1 16-09-2010
			WO 2010032428 A1 25-03-2010

EP 2290116	A1	02-03-2011	AU 2009292610 A1 27-05-2010
			CN 101835917 A 15-09-2010
			EP 2290116 A1 02-03-2011
			JP 4542624 B2 15-09-2010
			KR 20100075982 A 05-07-2010
			TW 201022453 A 16-06-2010
			US 2011253271 A1 20-10-2011
			WO 2010055609 A1 20-05-2010

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2012/000156

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C21D6/00 C21D8/02 C21D9/46 C22C38/02 C22C38/04 C22C38/38 B62D29/00 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C21D C22C B62D		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	JP 2010 132945 A (NIPPON STEEL CORP) 17 juin 2010 (2010-06-17)	4,5
A	abrégé; tableaux 1,2 -----	1-3
X	US 2010/230016 A1 (KUMAGAI TATSUYA [JP]) 16 septembre 2010 (2010-09-16) abrégé alinéa [0071] - alinéa [0076] tableaux 1,3 alinéa [0054] alinéa [0057] le document en entier -----	1-5
A	EP 2 290 116 A1 (NIPPON STEEL CORP [JP]) 2 mars 2011 (2011-03-02) alinéas [0056] - [0060] -----	1-5
☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 25 juin 2012		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 02/07/2012
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Ugarte, Eva

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2012/000156

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2010132945 A	17-06-2010	AUCUN	
US 2010230016 A1	16-09-2010	AU 2009294126 A1 CN 101835918 A EP 2267177 A1 JP 4538094 B2 KR 20100060020 A TW 201016863 A US 2010230016 A1 WO 2010032428 A1	25-03-2010 15-09-2010 29-12-2010 08-09-2010 04-06-2010 01-05-2010 16-09-2010 25-03-2010
EP 2290116 A1	02-03-2011	AU 2009292610 A1 CN 101835917 A EP 2290116 A1 JP 4542624 B2 KR 20100075982 A TW 201022453 A US 2011253271 A1 WO 2010055609 A1	27-05-2010 15-09-2010 02-03-2011 15-09-2010 05-07-2010 16-06-2010 20-10-2011 20-05-2010