



Office de la Propriété

Intellectuelle  
du Canada

Un organisme  
d'Industrie Canada

Canadian  
Intellectual Property  
Office

An agency of  
Industry Canada

CA 2686940 C 2014/01/21

(11)(21) **2 686 940**

(12) **BREVET CANADIEN  
CANADIAN PATENT**

(13) **C**

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2008/04/28  
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2008/12/04  
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2014/01/21  
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2009/11/09  
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2008/000609  
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2008/145871  
(30) Priorité/Priority: 2007/05/11 (FR07290598.7)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C21D 8/02*(2006.01),  
*C21D 9/46*(2006.01), *C22C 38/02*(2006.01),  
*C22C 38/04*(2006.01), *C22C 38/06*(2006.01),  
*C22C 38/12*(2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:  
GILOTIN, JAVIER, ES;  
MOULIN, ANTOINE, FR

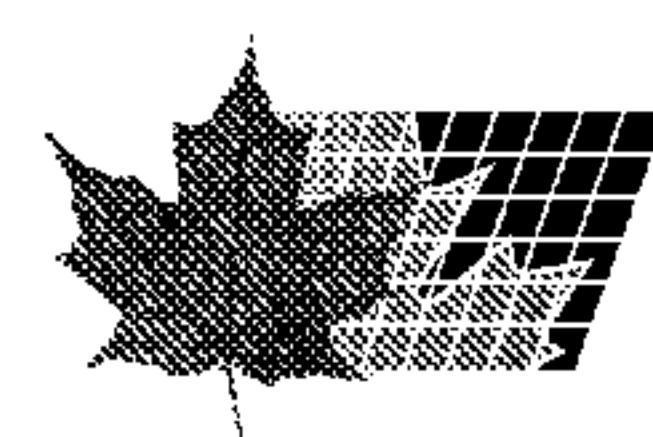
(73) Propriétaire/Owner:  
ARCELORMITTAL FRANCE, FR

(74) Agent: NORTON ROSE FULBRIGHT CANADA  
LLP/S.E.N.C.R.L., S.R.L.

(54) Titre : PROCEDE DE FABRICATION DE TOLES D'ACIER LAMINEES A FROID ET RECUITES A TRES HAUTE  
RESISTANCE, ET TOLES AINSI PRODUITES  
(54) Title: PROCESS FOR MANUFACTURING COLD-ROLLED AND ANNEALED STEEL SHEETS WITH VERY HIGH  
STRENGTH, AND SHEETS THUS PRODUCED

(57) Abrégé/Abstract:

L'invention concerne une tôle d'acier laminée à froid et recuite de résistance supérieure à 1200 MPa, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,10\% < C < 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn < 3\%$ ,  $Al > 0,010\%$ ,  $Si < 2,990\%$ ,  $S < 0,015\%$ ,  $P < 0,1\%$ ,  $N < 0,008\%$ , étant entendu que  $1\% < Si+Al < 3\%$ , la composition comprenant éventuellement :  $0,05\% < V < 0,15\%$ ,  $B < 0,005\%$ ,  $Mo < 0,25\%$ ,  $Cr < 1,65\%$  étant entendu que  $Cr+(3 \times Mo) > 0,3\%$ , Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti < 0,040\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure de l'acier comprenant 15 à 90% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.



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

**(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle**  
Bureau international



PCT

**(43) Date de la publication internationale**  
**4 décembre 2008 (04.12.2008)**

**(10) Numéro de publication internationale**  
**WO 2008/145871 A3**

- (51) Classification internationale des brevets :**
- |                             |                             |
|-----------------------------|-----------------------------|
| <b>C2ID 8/02</b> (2006.01)  | <b>C22C 38/02</b> (2006.01) |
| <b>C2ID 9/46</b> (2006.01)  | <b>C22C 38/06</b> (2006.01) |
| <b>C22C 38/04</b> (2006.01) | <b>C22C 38/12</b> (2006.01) |
- (21) Numéro de la demande internationale :** PCT/FR2008/000609
- (22) Date de dépôt international :** 28 avril 2008 (28.04.2008)
- (25) Langue de dépôt :** français
- (26) Langue de publication :** français
- (30) Données relatives à la priorité :**  
07290598.7 11 mai 2007 (11.05.2007) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :**  
**ARCELORMITTAL France [FR/FR]**; 1-5, rue Luigi Cherubini, F-93200 Saint Denis (FR).
- (72) Inventeurs; et**
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :** **GIL OTIN, Javier** [ES/ES]; Calle Velazquez, 27 Piso 7 izquierda, puerta C, CP28001 Madrid (ES). **MOULIN, Antoine** [FR/FR]; 2, rue du Rucher, F-57140 Woippy (FR).
- (74) Mandataire :** **PLAISANT, Sophie**; ArcelorMittal France, 1-5 rue Luigi Cherubini, F-93200 Saint Denis (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) :** AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) :** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publiée :**
- avec rapport de recherche internationale
  - avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues
- (88) Date de publication du rapport de recherche internationale:** 19 février 2009

**(54) Title:** PROCESS FOR MANUFACTURING COLD-ROLLED AND ANNEALED STEEL SHEETS WITH VERY HIGH STRENGTH, AND SHEETS THUS PRODUCED

**(54) Titre :** PROCEDE DE FABRICATION DE TÔLES D'ACIER LAMINEES A FROID ET RECUITES A TRES HAUTE RESISTANCE, ET TÔLES AINSI PRODUITES

**(57) Abstract:** The invention relates to a cold-rolled and annealed steel sheet having a strength greater than 1200 MPa, the composition of which comprises, the contents being expressed by weight:  $0.10\% < C < 0.25\%$ ,  $1\% \leq Mn < 3\%$ ,  $Al > 0.010\%$ ,  $Si < 2.990\%$ ,  $S < 0.015\%$ ,  $P < 0.1\%$ ,  $N < 0.008\%$ , it being understood that  $1\% < Si + Al < 3\%$ , the composition optionally comprising:  $0.05\% < V < 0.15\%$ ,  $B < 0.005\%$ ,  $Mo < 0.25\%$ ,  $Cr < 1.65\%$ , it being understood that  $Cr + 3 Mo > 0.3\%$ , Ti in an amount such that  $Ti/N \geq 4$  and  $Ti < 0.040\%$ , the balance of the composition consisting of iron and inevitable impurities resulting from the smelting, the microstructure of the steel comprising 15 to 90% bainite, the remainder consisting of martensite and of residual austenite.

**(57) Abrégé :** L'invention concerne une tôle d'acier laminée à froid et recuite de résistance supérieure à 1200 MPa, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,10\% < C < 0,25\%$ ,  $1 \% \leq Mn < 3\%$ ,  $Al > 0,010 \%$ ,  $Si < 2,990\%$ ,  $S < 0,015\%$ ,  $P < 0,1 \%$ ,  $N < 0,008\%$ , étant entendu que  $1 \% < Si + Al < 3\%$ , la composition comprenant éventuellement :  $0,05\% < V < 0,15\%$ ,  $B < 0,005\%$ ,  $Mo < 0,25\%$ ,  $Cr < 1,65\%$  étant entendu que  $Cr + 3 \times Mo > 0,3\%$ , Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti < 0,040\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure de l'acier comprenant 15 à 90% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

**WO 2008/145871 A3**

## PROCEDE DE FABRICATION DE TÔLES D'ACIER LAMINEES A FROID ET RECUITES A TRES HAUTE RESISTANCE, ET TÔLES AINSI PRODUITES

L'invention concerne la fabrication de tôles minces laminées à froid et recuites d'acières présentant une résistance supérieure à 1200 MPa et un allongement à rupture supérieur à 8%. Le secteur automobile et l'industrie générale constituent notamment des domaines d'application de ces tôles d'acières.

Il existe en particulier dans l'industrie automobile un besoin continu d'allègement des véhicules et d'accroissement de la sécurité. On a proposé successivement différentes familles d'acières pour répondre à ce besoin de résistance accrue : on a tout d'abord proposé des aciers comportant des éléments de micro-alliage. Leur durcissement est dû à la précipitation de ces éléments et à l'affinement de la taille de grains. On a ensuite assisté au développement d'acières « Dual-Phase » où la présence de martensite, constituant d'une grande dureté, au sein d'une matrice ferritique plus douce, permet d'obtenir une résistance supérieure à 450MPa associée à une bonne aptitude au formage à froid.

Afin d'accroître encore la résistance, on a développé des aciers présentant un comportement « TRIP » (Transformation Induced Plasticity) avec des combinaisons de propriétés (résistance-aptitude à la déformation) très avantageuses : ces propriétés sont liées à la structure de ces aciers constituée d'une matrice ferritique comportant de la bainite et de l'austénite résiduelle. La présence de ce dernier constituant confère une ductilité élevée à une tôle non déformée. Sous l'effet d'une déformation ultérieure, par exemple lors d'une sollicitation uniaxiale, l'austénite résiduelle d'une pièce en acier TRIP se transforme progressivement en martensite, ce qui se traduit par une consolidation importante et retarde l'apparition d'une déformation localisée.

Des tôles d'acières Dual Phase ou TRIP ont été proposées, avec un niveau de résistance maximal de l'ordre de 1000MPa. L'obtention de niveaux de résistance significativement supérieurs, par exemple 1200-1400MPa se heurte à différentes difficultés :

- L'accroissement de résistance mécanique nécessite une analyse chimique nettement plus chargée en éléments d'alliage, au détriment de l'aptitude au soudage de ces aciers.
- On observe un accroissement de la différence de dureté entre la matrice ferritique et les constituants durcissants : ceci a pour conséquence une concentration locale des contraintes et des déformations et un endommagement plus précoce, comme en témoigne la baisse de l'allongement.
- On observe également un accroissement de la fraction des constituants durcissants au sein de la matrice ferritique : dans ce cas, les îlots, initialement isolés et de petite taille lorsque la résistance est faible, deviennent progressivement connexes et forment des constituants de grande taille qui favorisent là encore un endommagement précoce.

Les possibilités d'obtenir simultanément de très hauts niveaux de résistance et certaines autres propriétés d'usage au moyen d'acières TRIP ou à microstructure Dual Phase, semblent ainsi limitées. Pour atteindre une résistance encore plus élevée, c'est à dire un niveau supérieur à 800-1000 MPa, on a développé des aciers dits « multiphasés » à structure majoritairement bainitique. Dans l'industrie automobile ou dans l'industrie générale, des tôles d'acières multiphasés de moyenne épaisseur sont utilisées avec profit pour des pièces structurales telles que traverses de pare-chocs, montants, renforts divers.

En particulier, dans le domaine des tôles d'acier multiphasés laminées à froid de plus de 980MPa, le brevet EP1559798 décrit la fabrication d'acières de composition : 0,10-0,25% C, 1,0-2,0% Si, 1,5-3% Mn, la microstructure étant constituée d'au moins 60% de ferrite bainitique et d'au moins 5% d'austénite résiduelle, la ferrite polygonale étant inférieure à 20%. Les exemples de réalisation présentés dans ce document montrent que la résistance ne dépasse pas 1200MPa.

Le brevet EP 1589126 décrit également la fabrication de tôles minces laminées à froid, dont le produit (résistance x allongement) est supérieur à 20000 MPa%. La composition des aciers contient : 0,10-0,28%C, 1,0-2,0%Si,

1-3%Mn, moins de 0,10%Nb. La structure est constituée de plus de 50% de ferrite bainitique, de 5 à 20% d'austénite résiduelle, et de moins de 30% de ferrite polygonale. Là encore, les exemples présentés montrent que la résistance est encore inférieure à 1200MPa.

La présente invention vise à résoudre les problèmes évoqués ci-dessus. Elle vise à mettre à disposition une tôle d'acier mince laminée à froid et recuite présentant une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa conjointement avec un allongement à rupture supérieur à 8% et une bonne aptitude au formage à froid. L'invention vise également à mettre à disposition un acier peu sensible à l'endommagement lors de la découpe par un procédé mécanique.

Par ailleurs, l'invention vise à mettre à disposition un procédé de fabrication de tôles minces dont de faibles variations des paramètres n'entraînent pas de modifications importantes de la microstructure ou des propriétés mécaniques. L'invention vise également à mettre à disposition une tôle d'acier aisément fabricable par laminage à froid, c'est à dire dont la dureté après l'étape de laminage à chaud est limitée de telle sorte que les efforts de laminage restent modérés lors de l'étape de laminage à froid.

Elle vise également à disposer d'une tôle d'acier mince apte au dépôt éventuel d'un revêtement métallique selon les procédés usuels.

Elle vise également à disposer d'une tôle d'acier peu sensible à un endommagement par découpe et apte à l'expansion de trou.

Elle vise encore à disposer d'un acier présentant une bonne aptitude au soudage au moyen des procédés d'assemblage usuels tels que le soudage par résistance par points.

Dans ce but, l'invention a pour objet une tôle d'acier laminée à froid et recuite de résistance supérieure à 1200 MPa, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,10\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn \leq 3\%$ ,  $Al \geq 0,010\%$ ,  $Si \leq 2,990\%$ ,  $S \leq 0,015\%$ ,  $P \leq 0,1\%$ ,  $N \leq 0,008\%$ , étant entendu que  $1\% \leq Si+Al \leq 3\%$ , la composition comprenant éventuellement :  $0,05\% \leq V \leq 0,15\%$ ,  $B \leq 0,005\%$ ,  $Mo \leq 0,25\%$ ,  $Cr \leq 1,65\%$ , étant entendu que  $Cr+(3 \times Mo) \geq 0,3\%$ ,  $Ti$  en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ , le reste de la

composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier comprenant 15 à 90% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

L'invention a également pour objet une tôle d'acier de composition ci-dessus, d'allongement à rupture supérieur à 10%, caractérisée en ce que Mo<0,005%, Cr<0,005%, B=0, la microstructure de l'acier comprenant 65 à 90% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle

L'invention a également pour objet une tôle d'acier de composition ci-dessus, caractérisée en ce qu'elle contient : Mo ≤ 0,25%, Cr ≤ 1,65%, étant entendu que Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%, B=0, la microstructure de l'acier comprenant 65 à 90% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle

L'invention a encore pour objet une tôle d'acier de composition ci-dessus, de résistance supérieure à 1400MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, caractérisée en ce qu'elle contient : Mo ≤ 0,25%, Cr ≤ 1,65%, étant entendu que Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%, la microstructure de l'acier comprenant 45 à 65% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle

L'invention a également pour objet une tôle d'acier de composition ci-dessus, de résistance supérieure à 1600MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, caractérisée en ce qu'elle contient : Mo ≤ 0,25%, Cr ≤ 1,65%, étant entendu que : Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%, la microstructure de l'acier comprenant 15 à 45% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

Selon un mode particulier, la composition comprend : 0,19% ≤ C ≤ 0,23%

Selon un mode préféré, la composition comprend : 1,5% ≤ Mn ≤ 2,5%

Préférentiellement, la composition comprend : 1,2% ≤ Si ≤ 1,8%

A titre préféré, la composition comprend : 1,2% ≤ Al ≤ 1,8%

Selon un mode particulier, la composition comprend : 0,05% ≤ V ≤ 0,15%

0,004 ≤ N ≤ 0,008%.

A titre préférentiel, la composition comprend : 0,12% ≤ V ≤ 0,15%

Selon un mode préféré, la composition comprend : 0,0005 ≤ B ≤ 0,003%.

L'invention a également pour objet une tôle d'acier laminée à froid et recuite de résistance supérieure à 1200 MPa et d'allongement à rupture supérieur à 8%, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,10\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn \leq 3\%$ ,  $Al \geq 0,010\%$ ,  $1,2\% \leq Si \leq 1,8\%$ ,  $S \leq 0,015\%$ ,  $P \leq 0,1\%$ ,  $0,004 \leq N \leq 0,008\%$ , étant entendu que :  $1,2\% \leq Si+Al \leq 3\%$ , la composition comprenant éventuellement :  $0,05\% \leq V \leq 0,15\%$ ,  $B \leq 0,005\%$ ,  $Mo \leq 0,25\%$ , Cr  $\leq 1,65\%$ , étant entendu que :  $Cr+(3 \times Mo) \geq 0,3\%$ , Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier comprenant 15 à 90% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

Préférentiellement, la taille moyenne des îlots de martensite et d'austénite résiduelle est inférieure à 1 micromètre, la distance moyenne entre les îlots étant inférieure à 6 micromètres.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à froid de résistance supérieure à 1200 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 10%, selon lequel on approvisionne un acier de composition :  $0,10\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn \leq 3\%$ ,  $Al \geq 0,010\%$ ,  $Si \leq 2,990\%$ , étant entendu que  $1\% \leq Si+Al \leq 3\%$ ,  $S \leq 0,015\%$ ,  $P \leq 0,1\%$ ,  $N \leq 0,008\%$ ,  $Mo < 0,005\%$ ,  $Cr < 0,005\%$ ,  $B = 0$ , la composition comprenant éventuellement :  $0,05\% \leq V \leq 0,15\%$ , Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ . On procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier, puis on porte le demi-produit à une température supérieure à  $1150^{\circ}C$  et on lamine à chaud le demi-produit pour obtenir une tôle laminée à chaud. On bobine et on décape la tôle, puis on lamine à froid celle-ci avec un taux de réduction compris entre 30 et 80% de façon à obtenir une tôle laminée à froid. On réchauffe la tôle laminée à froid à une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et  $15^{\circ}C/s$  jusqu'à une température  $T_1$  comprise entre  $Ac3$  et  $Ac3+20^{\circ}C$ , pendant un temps  $t_1$  compris entre 50 et 150s puis on refroidit la tôle à une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à  $40^{\circ}C/s$  et inférieure à  $100^{\circ}C/s$  jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre ( $M_s-30^{\circ}C$  et  $M_s+30^{\circ}C$ ). On maintient la tôle à ladite température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s puis on effectue un refroidissement à une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à  $30^{\circ}C/s$  jusqu'à la température ambiante.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à froid de résistance supérieure à 1200 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, selon lequel on approvisionne un acier de composition :  $0,10\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn \leq 3\%$ ,  $Al \geq 0,010\%$ ,  $Si \leq 2,990\%$ , étant entendu que  $1\% \leq Si+Al \leq 3\%$ ,  $S \leq 0,015\%$ ,  $P \leq 0,1\%$ ,  $N \leq 0,008\%$ ,  $Mo \leq 0,25\%$ ,  $Cr \leq 1,65\%$ , étant entendu que  $Cr+(3 \times Mo) \geq 0,3\%$ , éventuellement  $0,05\% \leq V \leq 0,15\%$ ,  $B \leq 0,005\%$ , Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ . On procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier, on porte le demi-produit à une température supérieure à  $1150^{\circ}C$ , puis on lamine à chaud le demi-produit pour obtenir une tôle laminée à chaud. On bobine la

tôle, on décape celle-ci, puis on lamine à froid la tôle avec un taux de réduction compris entre 30 et 80% de façon à obtenir une tôle laminée à froid. On réchauffe la tôle laminée à froid à une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et 15°C/s jusqu'à une température  $T_1$  comprise entre  $Ac3$  et  $Ac3+20^\circ C$ , pendant un temps  $t_1$  compris entre 50 et 150s puis on refroidit celle-ci à une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à 25°C/s et inférieure à 100°C/s jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre  $B_s$  et ( $M_s - 20^\circ C$ ) On maintient la tôle à la température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s puis on effectue un refroidissement à une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à 30°C /s jusqu'à la température ambiante.

La température  $T_1$  est préférentiellement comprise entre  $Ac3+10^\circ C$  et  $Ac3+20^\circ C$ .

L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier laminée à froid et recuite selon l'un des modes ci-dessus, ou fabriquée par un procédé selon l'un des modes ci-dessus, pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort, dans le domaine automobile.

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

- La figure 1 présente un exemple de structure d'une tôle d'acier selon l'invention, la structure étant révélée par réactif LePera.
- La figure 2 présente un exemple de structure d'une tôle d'acier selon l'invention, la structure étant révélée par réactif Nital.

Les inventeurs ont mis en évidence que des problèmes ci-dessus étaient résolus lorsque la tôle d'acier mince laminée à froid et recuite présentait une microstructure bainitique, avec en complément des îlots de martensite et d'austénite résiduelle, ou îlots « M-A ». Pour les aciers dont la résistance est la plus élevée, supérieure à 1600MPa, la microstructure comporte une quantité plus importante de martensite et d'austénite résiduelle.

En ce qui concerne la composition chimique de l'acier, le carbone joue un rôle très important sur la formation de la microstructure et sur les propriétés mécaniques : en liaison d'autres éléments de la composition (Cr, Mo, Mn) et avec le traitement thermique de recuit après laminage à froid, il augmente la

trempabilité et permet d'obtenir une transformation bainitique. Les teneurs en carbone selon l'invention conduisent également à la formation d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle dont la quantité, la morphologie, la composition permettent d'obtenir les propriétés visées ci-dessus.

Le carbone retarde également la formation de la ferrite pro-eutectoïde après traitement thermique de recuit après laminage à froid: dans le cas contraire, la présence de cette phase de faible dureté provoquerait un endommagement local trop important à l'interface avec la matrice dont la dureté est plus élevée. La présence de ferrite proeutectoïde issue du recuit doit donc être évitée pour obtenir des niveaux élevés de résistance mécanique.

Selon l'invention, la teneur en carbone est comprise entre 0,10 et 0,25% en poids : Au dessous de 0,10%, une résistance suffisante ne peut pas être obtenue et la stabilité de l'austénite résiduelle n'est pas satisfaisante. Au delà de 0,25%, la soudabilité est réduite en raison de la formation de microstructures de trempe dans la Zone Affectée par la Chaleur.

Selon un mode préféré, la teneur en carbone est comprise entre 0,19 et 0,23% : au sein de cette plage, la soudabilité est très satisfaisante, et la quantité, la stabilité et la morphologie des îlots M-A sont particulièrement adaptées pour obtenir un couple favorable de propriétés mécaniques (résistance-allongement)

En quantité comprise entre 1 et 3% en poids, une addition de manganèse, élément à caractère gammagène, permet d'éviter la formation de ferrite proeutectoïde lors du refroidissement au recuit après laminage à froid. Le manganèse contribue également à désoxyder l'acier lors de l'élaboration en phase liquide. L'addition de manganèse participe également à un durcissement efficace en solution solide et à l'obtention d'une résistance accrue. Préférentiellement, le manganèse est compris entre 1,5 et 2,5% de façon à ce que ces effets soient obtenus, et ce sans risque de formation de structure en bandes néfaste.

Le silicium et l'aluminium jouent de façon conjointe un rôle important selon l'invention.

Le silicium retarde la précipitation de la cémentite lors du refroidissement à partir de l'austénite après recuit. Une addition de silicium selon l'invention

contribue donc à stabiliser une quantité suffisante d'austénite résiduelle sous forme d'îlots qui se transforment ultérieurement et progressivement en martensite sous l'effet d'une déformation. Une autre partie de l'austénite se transforme directement en martensite lors du refroidissement après recuit.

L'aluminium est un élément très efficace pour la désoxydation de l'acier. A ce titre, sa teneur est supérieure ou égale à 0,010%. Comme le silicium, il stabilise l'austénite résiduelle.

Les effets de l'aluminium et du silicium sur la stabilisation de l'austénite sont voisins ; lorsque les teneurs en silicium et en aluminium sont telles que :  $1\% \leq Si + Al \leq 3\%$ , une stabilisation satisfaisante de l'austénite est obtenue, ce qui permet de former les microstructures recherchées tout en conservant des propriétés d'usage satisfaisantes. Compte tenu du fait que la teneur minimale en aluminium est de 0,010%, la teneur en silicium est inférieure ou égale à 2,990%.

La teneur en silicium est de préférence comprise entre 1,2 et 1,8% pour stabiliser une quantité d'austénite résiduelle suffisante et pour éviter une oxydation intergranulaire lors de l'étape de bobinage à chaud précédant le laminage à froid. On évite aussi de la sorte la formation d'oxydes fortement adhérents et l'apparition éventuelle de défauts de surface conduisant notamment à un manque de mouillabilité dans les opérations de galvanisation au trempé.

Ces effets sont également obtenus lorsque la teneur en aluminium est de préférence comprise entre 1,2 et 1,8%. A teneur équivalente, les effets de l'aluminium sont en effet semblables à ceux exposés ci-dessus pour le silicium, mais le risque d'apparition de défauts superficiels est cependant moindre.

Les aciers selon l'invention comportent éventuellement du molybdène et/ou du chrome : le molybdène augmente la trempabilité, évite la formation de ferrite pro-eutectoïde et affine efficacement la microstructure bainitique. Cependant, une teneur supérieure à 0,25% en poids augmente le risque de former une microstructure majoritairement martensitique au détriment de la formation de bainite.

Le chrome contribue également à éviter la formation de ferrite pro-eutectoïde et à l'affinement de la microstructure bainitique. Au delà de 1,65%, le risque d'obtenir une structure majoritairement martensitique est important.

Comparé au molybdène, son effet est cependant moins marqué ; selon l'invention, les teneurs en chrome et en molybdène sont telles que : Cr+(3 x Mo) ≥0,3%. Les coefficients du chrome et du molybdène dans cette relation traduisent leur influence sur la trempabilité, en particulier l'aptitude respective de ces éléments à éviter la formation de ferrite pro-eutectoïde dans les conditions de refroidissement particulières de l'invention.

Selon un mode économique de l'invention, l'acier peut comporter des teneurs en molybdène et en chrome très faibles ou nulles, c'est à dire des teneurs inférieures à 0,005% en poids pour ces deux éléments, et 0% de bore.

Pour obtenir une résistance supérieure à 1400MPa, l'addition de chrome et/ou de molybdène est requise, dans des quantités mentionnées ci-dessus.

Lorsque la teneur en soufre est supérieure à 0,015%, l'aptitude à la mise en forme est réduite en raison de la présence excessive de sulfures de manganèse.

La teneur en phosphore est limitée à 0,1% de façon à maintenir une ductilité à chaud suffisante.

La teneur en azote est limitée à 0,008% pour éviter un vieillissement éventuel.

L'acier selon l'invention contient éventuellement du vanadium en quantité comprise entre 0,05 et 0,15%. En particulier, lorsque la teneur en azote est comprise conjointement entre 0,004 et 0,008%, la précipitation du vanadium peut intervenir lors du recuit après laminage à froid sous forme de fins carbonitrides qui confèrent un durcissement supplémentaire.

Lorsque la teneur en vanadium est comprise entre 0,12 et 0,15% en poids, l'allongement uniforme ou à rupture est particulièrement augmenté.

L'acier peut éventuellement comprendre du bore en quantité inférieure ou égale à 0,005%. Selon un mode préféré, l'acier contient préférentiellement entre 0,0005 et 0,003% de bore, ce qui contribue à la suppression de la ferrite pro-eutectoïde en présence de chrome et/ou de molybdène. En complément des autres éléments d'addition, l'ajout de bore en quantité

mentionnée ci-dessus permet d'obtenir une résistance supérieure à 1400 MPa.

L'acier peut éventuellement comprendre du titane en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ , ce qui permet la formation de carbonitrides de titane et augmente le durcissement.

Le reste de la composition est constitué d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration. Les teneurs de ces impuretés, telles que Sn, Sb, As, sont inférieures à 0,005%.

Selon un mode de réalisation de l'invention destiné à la fabrication de tôles d'acier de résistance supérieure à 1200MPa, la microstructure de l'acier est composée de 65 à 90% de bainite, ces teneurs se référant à des pourcentages surfaciques, le solde est constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle (îlots de composés M-A)

Cette structure en majorité bainitique, ne comportant pas de ferrite proeutectoïde de faible dureté, présente une capacité d'allongement à rupture supérieure à 10%.

Selon l'invention, les îlots M-A régulièrement dispersés dans la matrice ont une taille moyenne inférieure à 1 micromètre.

La figure 1 présente un exemple de microstructure d'une tôle d'acier selon l'invention. La morphologie des îlots M-A a été révélée au moyen de réactifs chimiques appropriés : après attaque, les îlots M-A apparaissent en blanc sur une matrice bainitique plus ou moins sombre. Certains îlots de petite taille sont localisés entre les lattes de ferrite bainitique. On observe les îlots à des grossissements allant de 500 à 1500x environ sur une surface statistiquement représentative et on mesure grâce à un logiciel d'analyse d'images la taille moyenne des îlots ainsi que la distance moyenne entre ces îlots. Dans le cas de la figure 1, le pourcentage surfacique des îlots est de 12% et la taille moyenne des îlots M-A est inférieure à 1 micromètre.

On a mis en évidence qu'une morphologie spécifique des îlots M-A était à rechercher particulièrement : lorsque la taille moyenne des îlots est inférieure à 1 micromètre et lorsque la distance moyenne entre ces îlots est inférieure à 6 micromètres, on obtient simultanément les effets suivants :

- un endommagement limité en raison de l'absence d'amorçage de la rupture sur des îlots M-A de grande taille
- un durcissement significatif en raison de la proximité de nombreux constituants M-A de faible taille

Selon un autre mode de réalisation de l'invention destiné à la fabrication de tôles d'acier de résistance supérieure à 1400MPa et d'allongement à rupture supérieur à 8%, la microstructure est composée de 45 à 65% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention destiné à la fabrication de tôles d'acier de résistance supérieure à 1600MPa et d'allongement à rupture supérieur à 8%, la microstructure est composée de 15 à 45% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

La mise en œuvre du procédé de fabrication d'une tôle mince laminée à froid et recuite selon l'invention est la suivante :

- On approvisionne un acier de composition selon l'invention
- On procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier. Cette coulée peut être réalisée en lingots ou en continu sous forme de brames d'épaisseur de l'ordre de 200mm. On peut également effectuer la coulée sous forme de brames minces de quelques dizaines de millimètres d'épaisseur, ou de bandes minces, entre cylindres d'acier contra-rotatifs.

Les demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température supérieure à 1150°C pour atteindre en tout point une température favorable aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage.

Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces ou de bandes minces entre cylindres contra-rotatifs, l'étape de laminage à chaud de ces demi-produits débutant à plus de 1150°C peut se faire directement après coulée si bien qu'une étape de réchauffage intermédiaire n'est pas nécessaire dans ce cas.

On lamine à chaud le demi-produit. Un avantage de l'invention est que les caractéristiques finales et la microstructure de la tôle laminée à froid et recuite sont relativement peu dépendantes de la température de fin de laminage et du refroidissement suivant le laminage à chaud.

On bobine ensuite la tôle à chaud. La température de bobinage est

préférentiellement inférieure à 550°C pour limiter la dureté de la tôle laminée à chaud et l'oxydation intergranulaire en surface. Une dureté trop importante de la tôle laminée à chaud conduit à des efforts excessifs lors du laminage ultérieur à froid ainsi éventuellement qu'à des défauts en rives.

On décape ensuite la tôle laminée à chaud selon un procédé connu en lui-même de façon à conférer à celle-ci un état de surface propre au laminage à froid. Ce dernier est effectué en réduisant l'épaisseur de la tôle laminée à chaud de 30 à 80%.

On effectue ensuite un traitement thermique de recuit, préférentiellement par un recuit en continu, qui comporte les phases suivantes :

- Une phase de chauffage avec une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et 15°C/s. jusqu'à une température  $T_1$ . Lorsque  $V_c$  est supérieure à 15°C/s, la recristallisation de la tôle écrouie par le laminage à froid peut ne pas être totale. Une valeur minimale de 5°C/s est requise pour la productivité. Une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et 15°C/s permet d'obtenir une taille de grain d'austénite particulièrement adaptée à la microstructure finale désirée.

La température  $T_1$  est comprise entre  $A_{c3}$  et  $A_{c3}+20^\circ\text{C}$ , la température  $A_{c3}$  correspondant à la transformation totale en austénite lors du chauffage.  $A_{c3}$  dépend de la composition de l'acier et de la vitesse de chauffage et peut être déterminée par exemple par dilatométrie. L'austénitisation totale permet de limiter la formation ultérieure de ferrite proeutectoïde. Il est important que la température  $T_1$  soit inférieure à  $A_{c3}+20^\circ\text{C}$  dans le but d'éviter un grossissement exagéré du grain austénitique. Au sein de cette plage ( $A_{c3}$  -  $A_{c3}+20^\circ\text{C}$ ), les caractéristiques du produit final sont peu sensibles à une variation de température  $T_1$ .

Très préférentiellement, la température  $T_1$  est comprise entre  $A_{c3}+10^\circ\text{C}$  et  $A_{c3}+20^\circ\text{C}$ . Dans ces conditions, les inventeurs ont mis en évidence que la taille de grain austénitique est plus homogène et plus fine, ce qui conduit par la suite à la formation d'une microstructure finale présentant elle aussi ces caractéristiques.

- Un maintien à la température  $T_1$  pendant un temps  $t_1$  compris entre 50s et 150s. Cette étape conduit à une homogénéisation de l'austénite.

L'étape suivante du procédé dépend de la teneur en chrome et en molybdène de l'acier :

- Lorsque l'acier ne comporte pratiquement pas de chrome, de molybdène et de bore, c'est à dire lorsque  $\text{Cr} < 0,005\%$ ,  $\text{Mo} < 0,005\%$ ,  $\text{B} = 0\%$ , on effectue un refroidissement avec une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à  $40^\circ\text{C/s}$  et inférieure à  $100^\circ\text{C/s}$  jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre  $M_s - 30^\circ\text{C}$  et  $M_s + 30^\circ\text{C}$ . Pour ces conditions de vitesse de refroidissement, la diffusion du carbone dans l'austénite est limitée. Cet effet est saturé au delà de  $100^\circ\text{C/s}$ . Un maintien est réalisé à cette température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s.  $M_s$  désigne la température de début de transformation martensitique. Cette température dépend de la composition de l'acier mis en œuvre et peut être déterminée par exemple par dilatométrie. Ces conditions permettent d'éviter la formation de ferrite proeutectoïde lors du refroidissement. On obtient également dans ces conditions une transformation bainitique de la plus grande partie de l'austénite. La fraction restante est transformée en martensite ou est éventuellement stabilisée sous forme d'austénite résiduelle.
- Lorsque l'acier comporte une teneur en chrome et en molybdène telles que  $\text{Mo} \leq 0,25\%$ ,  $\text{Cr} \leq 1,65\%$ , et  $\text{Cr} + (3 \times \text{Mo}) \geq 0,3\%$ , on effectue un refroidissement avec une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à  $25^\circ\text{C/s}$  et inférieure à  $100^\circ\text{C/s}$  jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre ( $B_s$  et  $M_s - 20^\circ\text{C}$ ). Un maintien est réalisé à cette température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s.  $B_s$  désigne la température de début de transformation bainitique. Ces conditions permettent d'obtenir les mêmes caractéristiques microstructurales que ci-dessus. L'addition de chrome et/ou de molybdène permet en particulier de garantir que la formation de ferrite proeutectoïde n'intervient pas. Dans les limites de vitesse de refroidissement  $V_{R1}$  selon l'invention, les caractéristiques finales du produit sont relativement peu sensibles à une variation de cette vitesse  $V_{R1}$ .
- L'étape suivante du procédé est identique, que le produit comporte ou non du chrome et/ou du molybdène : on effectue un refroidissement à

une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à 30°C /s jusqu'à la température ambiante. En particulier, lorsque la température  $T_2$  est peu élevée au sein des plages selon l'invention, le refroidissement à une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à 30°C /s provoque un revenu des îlots de martensite nouvellement formée, ce qui est favorable en termes de propriétés d'usage.

Exemple :

On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous, exprimée en pourcentage pondéral. Outre les aciers I-1 à I-5 ayant servi à la fabrication de tôles selon l'invention, on a indiqué à titre de comparaison la composition d'aciers R-1 à R-5 ayant servi à la fabrication de tôles de référence.

Acier	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Al (%)	Si+Al (%)	Mo (%)	Cr (%)	Cr+(3xMo) (%)	S (%)	P (%)	V (%)	Ti (%)	B (%)	N (%)
I-1	0,19	2	1,5	0,040	1,54	-	-	-	0,003	0,015	-	-	-	0,004
I-2	0,2	2	1,5	0,040	1,54	0,25	-	0,75	0,003	0,015	-	-	-	0,004
I-3	0,19	2	1,5	0,040	1,54	0,14	0,34	0,76	0,003	0,015	-	-	-	0,004
I-4	0,2	2	1,5	0,040	1,54	0,25	-	0,75	0,003	0,015	-	0,020	0,0038	0,004
I-5	0,2	2	1,5	0,040	1,54	0,25	-	0,75	0,003	0,015	0,15	0,020	0,0038	0,004
R-1	0,110	2,2	0,347	0,031	<u>0,378</u>	0,13	0,4	0,79	0,003	0,015	-	0,027	-	0,004
R-2	<u>0,038</u>	<u>0,212</u>	0,036	0,053	<u>0,089</u>	<u>1,1</u>	0,21	3,51	0,003	0,015	-	0,002	-	0,004
R-3	<u>0,035</u>	<u>0,21</u>	0,035	0,054	<u>0,089</u>	<u>0,5</u>	0,034	1,534	0,003	0,015	-	0,002	-	0,004
R-4	0,19	1,3	0,25	0,040	<u>0,29</u>	-	0,18	0,18	0,003	0,015	-		0,003	0,006
R-5	0,148	1,925	0,214	0,024	<u>0,238</u>	-	0,19	0,19	0,002	0,012	-	0,024	-	0,005

Tableau 1 Compositions d'acières (% poids). I= Selon l'invention. R= référence

Valeurs soulignées : Non conforme à l'invention.

Des demi-produits correspondant aux compositions ci-dessus ont été réchauffés à 1200°C, laminés à chaud jusqu'à une épaisseur de 3 mm et bobinés à une température inférieure à 550°C. Les tôles ont été ensuite laminées à froid jusqu'à une épaisseur de 0,9 mm soit un taux de réduction de 70%. A partir d'une même composition, certains aciers ont fait l'objet de différentes conditions de fabrication. Les références I1-a, I1-b et I1-c, I1-d

désignent par exemple quatre tôles d'acières fabriquées selon des conditions différentes à partir de la composition d'acier I1. Le tableau 2 indique les conditions de fabrication des tôles recuites après laminage à froid. La vitesse de réchauffage  $V_c$  est de 10°C/s dans tous les cas.

Les températures de transformation  $A_{c3}$ ,  $B_s$  et  $M_s$  ont été également portées au tableau 2.

On a également indiqué les différents constituants microstructuraux mesurés par microscopie quantitative : fraction surfacique de bainite, martensite et d'austénite résiduelle.

Les îlots M-A ont été mis en évidence par le réactif de LePera. Leur morphologie a été examinée au moyen d'un logiciel d'analyse d'images Scion®.

Tôle d'acier	$T_1$ (°C)	$Ac3$ (°C)	$t_1$ (s)	$V_{R1}$ (°C/s)	$T_2$ (°C)	$B_s$ (°C)	$M_s$ (°C)	$t_2$ (s)	$V_{R2}$ (°C/s)
I1-a	850	830	100	54	350	600	380	200	15
I1-b	<u>800</u>	830	100	54	400	600	380	200	15
I1-c	<u>825</u>	830	100	54	400	600	380	200	15
I1-d	850	830	100	54	<u>450</u>	600	380	200	15
I2-a	850	830	100	54	400	575	375	200	15
I2-b	850	830	120	54	400	575	375	240	15
I2-c	850	830	95	<u>22</u>	400	575	375	200	5
I3-a	850	830	100	54	400	565	395	200	15
I3-b	850	830	100	65	<u>350</u>	565	395	200	15
I4	850	830	100	54	400	575	375	200	15
I5	850	830	100	54	400	575	375	200	15
R1	850	845	100	54	<u>400</u>	520	425	200	15
R2	<u>800</u>	930	60	<u>20</u>	<u>460</u>	695	510	<u>20</u>	15
R3	<u>800</u>	915	60	<u>20</u>	<u>460</u>	760	520	<u>20</u>	15
R4	850	845	<u>300</u>	<u>20</u>	460	650	425	<u>20</u>	15
R5	<u>800</u>	900	60	<u>20</u>	460	605	425	<u>60</u>	20

Tableau 2 : Conditions de fabrication et microstructure des tôles laminées à

chaud obtenues. I= Selon l'invention. R= référence

Valeurs soulignées : Non conformes à l'invention.

Les propriétés mécaniques de traction obtenues (limite d'élasticité  $Re$ , résistance  $Rm$ , allongement uniforme  $Au$ , allongement à rupture  $At$ ) ont été portées au tableau 3 ci-dessous. Le rapport  $Re/Rm$  a été également indiqué.

Dans certains cas on a déterminé l'énergie de rupture à -40°C à partir d'éprouvettes de résilience du type Charpy V d'épaisseur réduite à 1,4mm.

On a également évalué l'endommagement lié à une découpe (cisaillage ou poinçonnage par exemple) qui pourrait éventuellement diminuer les capacités de déformation ultérieure d'une pièce découpée. Dans ce but, on a découpé par cisaillage des éprouvettes de dimension 20 x 80 mm<sup>2</sup>. Une partie de ces éprouvettes a été ensuite soumise à un polissage des bords. Les éprouvettes ont été revêtues de grilles photodéposées puis soumises à une traction uniaxiale jusqu'à rupture. Les valeurs des déformations principales  $\varepsilon_1$  parallèles au sens de la sollicitation ont été mesurées au plus près de l'amorçage de la rupture à partir des grilles déformées. Cette mesure a été effectuée sur les éprouvettes à bords découpés mécaniquement et sur les éprouvettes à bords polis. La sensibilité à la découpe est évaluée par le facteur d'endommagement :  $\Delta = \varepsilon_1(\text{bords découpés}) - \varepsilon_1(\text{bords polis}) / \varepsilon_1(\text{bords polis})$ .

Pour certaines tôles, on a également évalué l'endommagement au voisinage de bords découpés à partir d'échantillons de 105x105mm<sup>2</sup> comportant un trou d'un diamètre initial de 10mm. On mesure l'augmentation relative du diamètre du trou après introduction d'un poinçon conique jusqu'à ce qu'une fissure apparaisse.

Tôle d'acier	Fraction bainitique (%)	Fraction (M-A) (%)	Taille d'îlot (M-A)<1 micron et distance moyenne<6 micromètre	Re (MPa)	Rm (MPa)	Au (%)	At (%)	KCV (-40°C) J/cm²	Endommagement Δ bords découpés (%)	Expansion (%)
I1-a	89	11	Oui	718	1200	7,5	11,2	63		35
I1-b	43	17	<u>Non</u>	490	<u>1020</u>	15	19			
I1-c	63	17	Oui	500	<u>1040</u>	14	17	<u>36</u>		
I1-d	83	17	<u>Non</u>	550	<u>1100</u>	9	12			
I2-a	88	12	Oui	800	1250	8,8	12,7		-14	
I2-b	90	10	Oui	790	1260	8,2	12			
I2-c	Nd	Nd	Nd	700	1200	7	<u>8,5</u>			
I3-a	88	12	Oui	750	1200	9,5	12,7			40
I3-b	Nd	Nd	Nd	900	1300	9	<u>8</u>			
I4	60	40	Oui	690	1420	8	11,2		-22,5	
I5	45	55	Nd	800	1600	7,5	10			
R1	Nd	Nd	Nd	800	<u>950</u>	4	<u>6</u>			
R2	<u>Ferrite</u>	<u>6</u>	Nd	400	<u>520</u>	10	16			
R3	<u>Ferrite</u>	<u>5</u>	Nd	300	<u>450</u>	16	21			
R4	60	40	Nd	650	<u>950</u>	Nd	<u>4</u>			
R5	<u>Ferrite</u>	17	Oui	404	<u>856</u>	12,4	16		-43	

Tableau 3 : Propriétés mécaniques des tôles laminées à froid et recuites.

Valeurs soulignées : Non conformes à l'invention. Nd : non déterminé

Les tôles de composition conforme à l'invention et fabriquées selon les conditions de l'invention (I1-a, I2-a-b, I3-a, I4, I5) présentent une combinaison de propriétés mécaniques particulièrement avantageuse : d'une part une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa, d'autre part un allongement à rupture toujours supérieur ou égal à 10%. Les aciers selon l'invention présentent également une énergie de rupture Charpy V à -40°C supérieure à 40 Joules/cm². Ceci permet la fabrication de pièces résistant à la propagation brutale d'un défaut notamment en cas de sollicitations dynamiques. Les microstructures des aciers avec une résistance minimale de 1200MPa et un allongement à rupture minimal de 10% selon l'invention comportent une

teneur en bainite comprise entre 65 et 90%, le solde étant constitué d'îlots M-A. La figure 1 présente ainsi la microstructure de la tôle d'acier I3a comportant 88% de bainite et 12% d'îlots M-A, révélée par une attaque au réactif LePera. La figure 2 présente cette microstructure révélée par une attaque Nital. Dans le cas d'acières présentant une résistance minimale de 1400MPa et un allongement à rupture minimal de 8%, les aciers selon l'invention présentent une teneur en bainite comprise entre 45 et 65%, le solde étant des îlots M-A. Dans le cas d'acières présentant une résistance minimale de 1600MPa et un allongement à rupture minimal de 8%, les aciers selon l'invention présentent une teneur en bainite comprise entre 15 et 35%, le solde étant de la martensite et de l'austénite résiduelle. Les tôles d'acier selon l'invention présentent une taille d'îlots M-A inférieure à 1 micromètre, la distance inter-îlots étant inférieure à 6 micromètres.

Les aciers selon l'invention présentent également une bonne résistance à l'endommagement en cas de découpe puisque le facteur d'endommagement  $\Delta$  est limité à -23%. Une tôle d'acier ne présentant pas ces caractéristiques (R5) peut présenter un facteur endommagement de 43%. Les tôles selon l'invention présentent ont une bonne aptitude à l'expansion de trou.

Les aciers selon l'invention présentent également une bonne aptitude au soudage homogène : pour des paramètres de soudage adaptés aux épaisseurs rapportés ci-dessus, les joints soudés sont exempts de fissures à froid ou à chaud.

Les tôles d'acier I1-b et I1-c ont été recuites à une température  $T_1$  trop faible, la transformation austénitique n'est pas complète. En conséquence la microstructure comporte de la ferrite proeutectoïde (40% pour I1b, 20% pour I1-c) et une teneur excessive en îlots M-A. La résistance mécanique est alors diminuée par la présence de ferrite proeutectoïde.

Pour la tôle d'acier I1-d, la température de maintien  $T_2$  est supérieure à  $Ms+30^\circ C$  : la transformation bainitique qui intervient à plus haute température donne naissance à une structure plus grossière et conduit à une résistance mécanique insuffisante.

Pour la tôle d'acier I-2c, la vitesse de refroidissement  $V_{R1}$  après recuit n'est pas suffisante, la microstructure formée est plus hétérogène et l'allongement à rupture est réduit au dessous de 10%.

Pour la tôle I-3b, la température de maintien  $T_2$  est inférieure à  $Ms-20^{\circ}C$  : en conséquence, le refroidissement  $V_{R1}$  provoque l'apparition d'une bainite formée à basse température et de martensite, associées à un allongement insuffisant.

L'acier R1 a une teneur en (silicium+aluminium) insuffisante, la température de maintien  $T_2$  est inférieure à  $Ms-20^{\circ}C$ . En raison de la teneur insuffisante en (Si+Al), la quantité d'îlots M-A formée est insuffisante pour obtenir une résistance supérieure ou égale à 1200MPa.

Les aciers R2 et R3 ont des teneurs en carbone, manganèse, silicium+aluminium, insuffisantes. La quantité de composés M-A formés est inférieure à 10%. En outre, la température de recuit  $T_1$  inférieure à  $A_{c3}$  conduit à une teneur excessive en ferrite proeutectoïde et en cémentite, et à une résistance insuffisante.

L'acier R4 a une teneur insuffisante en (Si+Al). La vitesse de refroidissement  $V_{R1}$  est notamment trop faible. L'enrichissement de l'austénite en carbone au refroidissement est alors insuffisant pour permettre la formation de martensite et pour obtenir les propriétés de résistance et d'allongement visées par l'invention.

L'acier R5 présente également une teneur insuffisante en (Si+Al). La vitesse de refroidissement insuffisamment rapide après le recuit conduit à une teneur excessive en ferrite proeutectoïde et à une résistance mécanique insuffisante.

Partant du procédé de fabrication de la tôle d'acier I2-a, une tôle d'acier I2-d a été fabriquée selon un procédé présentant des caractéristiques identiques, à l'exception de la température  $T_1$  égale à  $830^{\circ}C$ , soit la température  $A_{c3}$ . Dans le cas où  $T_1$  est égale à  $A_{c3}$ , l'aptitude à l'expansion de trou conique est de 25%. Quand la température  $T_1$  est égale à  $850^{\circ}C$  ( $A_{c3}+20^{\circ}C$ ), l'aptitude à l'expansion est accrue jusqu'à 31%.

Ainsi, l'invention permet la fabrication de tôles d'acières alliant une très haute résistance et une ductilité élevée. Les tôles d'acières selon l'invention sont

utilisées avec profit pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort dans le domaine automobile et de l'industrie générale.

## REVENDICATIONS :

1. Tôle d'acier laminée à froid et recuite de résistance supérieure à 1200 MPa et d'allongement à rupture supérieur à 8%, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,10\% \leq C \leq 0,25\%$$

$$1\% \leq Mn \leq 3\%$$

$$Al \geq 0,010\%$$

$$1,2\% \leq Si \leq 1,8\%$$

$$S \leq 0,015\%$$

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

$$0,004 \leq N \leq 0,008\%$$

étant entendu que

$$1,2\% \leq Si+Al \leq 3\%,$$

la composition comprenant éventuellement :

$$0,05\% \leq V \leq 0,15\%$$

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

$$Mo \leq 0,25\%$$

$$Cr \leq 1,65\%$$

étant entendu que

$$Cr+(3 \times Mo) \geq 0,3\%,$$

Ti en quantité telle que  $Ti/N \geq 4$  et que  $Ti \leq 0,040\%$ ,

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier comprenant 15 à 90% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

2. Tôle d'acier selon la revendication 1, d'allongement à rupture supérieur à 10%, caractérisée en ce que

$$Mo < 0,005\%$$

$$Cr < 0,005\%$$

B=0%

la microstructure dudit acier comprenant 65 à 90% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle.

3. Tôle d'acier selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient

Mo ≤ 0,25%

Cr ≤ 1,65%

étant entendu que

Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%,

B=0%

la microstructure dudit acier comprenant 65 à 90% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle.

4. Tôle d'acier selon la revendication 1, de résistance supérieure à 1400MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, caractérisée en ce qu'elle contient

Mo ≤ 0,25%

Cr ≤ 1,65%

étant entendu que

Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%,

la microstructure dudit acier comprenant 45 à 65% de bainite, le solde étant constitué d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle.

5. Tôle d'acier selon la revendication 1, de résistance supérieure à 1600MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, caractérisée en ce qu'elle contient

Mo ≤ 0,25%

Cr ≤ 1,65%

étant entendu que

Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%,

la microstructure dudit acier comprenant 15 à 45% de bainite, le solde étant constitué de martensite et d'austénite résiduelle.

6. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$0,19\% \leq C \leq 0,23\%.$$

7. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1,5\% \leq Mn \leq 2,5\%.$$

8. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1,2\% \leq Al \leq 1,8\%.$$

9. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$0,05\% \leq V \leq 0,15\%$$

$$0,004 \leq N \leq 0,008\%.$$

10. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$0,12\% \leq V \leq 0,15\%.$$

11. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1, 4 ou 5, caractérisée en ce que la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$0,0005 \leq B \leq 0,003\%.$$

12. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la taille moyenne des îlots de martensite et d'austénite résiduelle est

inférieure à 1 micromètre, la distance moyenne entre lesdits îlots étant inférieure à 6 micromètres.

13. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à froid de résistance supérieure à 1200 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 10%, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition selon la revendication 2, puis
- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier, puis
- on porte ledit demi-produit à une température supérieure à 1150°C, puis
- on lamine à chaud ledit demi-produit pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
- on bobine ladite tôle, puis
- on décape ladite tôle laminée à chaud, puis
- on lamine à froid ladite tôle avec un taux de réduction compris entre 30 et 80% de façon à obtenir une tôle laminée à froid, puis
- on réchauffe ladite tôle laminée à froid à une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et 15°C/s jusqu'à une température  $T_1$  comprise entre  $A_{C3}$  et  $A_{C3}+20^\circ C$ , pendant un temps  $t_1$  compris entre 50 et 150s puis on refroidit ladite tôle à une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à 40°C/s et inférieure à 100°C/s jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre ( $M_s-30^\circ C$  et  $M_s+30^\circ C$ ), on maintient ladite tôle à ladite température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s puis on effectue un refroidissement à une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à 30°C /s jusqu'à la température ambiante.

14. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à froid de résistance supérieure à 1200 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 8%, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1, ou 3 à 5, les teneurs en Mo et en Cr étant telles que  $Mo \leq 0,25\%$ ,  $Cr \leq 1,65\%$ , étant entendu que :  $Cr+(3 \times Mo) \geq 0,3\%$ , puis

- on fabrique une tôle laminée à froid par un procédé comportant les étapes de coulée, de réchauffage, de laminage à chaud, de bobinage, de décapage, de laminage à froid, selon la revendication 13, puis

- on réchauffe ladite tôle laminée à froid à une vitesse  $V_c$  comprise entre 5 et 15°C/s jusqu'à une température  $T_1$  comprise entre  $A_{C3}$  et  $A_{C3}+20^\circ C$ , pendant un temps  $t_1$  compris entre 50 et 150s puis on refroidit ladite tôle à une vitesse  $V_{R1}$  supérieure à 25°C/s et inférieure à 100°C/s jusqu'à une température  $T_2$  comprise entre  $B_s$  et ( $M_s - 20^\circ C$ ), on maintient ladite tôle à ladite température  $T_2$  pendant un temps  $t_2$  compris entre 150 et 350s puis on effectue un refroidissement à une vitesse  $V_{R2}$  inférieure à 30°C/s jusqu'à la température ambiante.

15. Procédé de fabrication selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que la température  $T_1$  est comprise entre  $A_{C3}+10^\circ C$  et  $A_{C3}+20^\circ C$ .

16. Utilisation d'une tôle d'acier laminée à froid et recuite selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15 pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort, dans le domaine automobile.

1/1

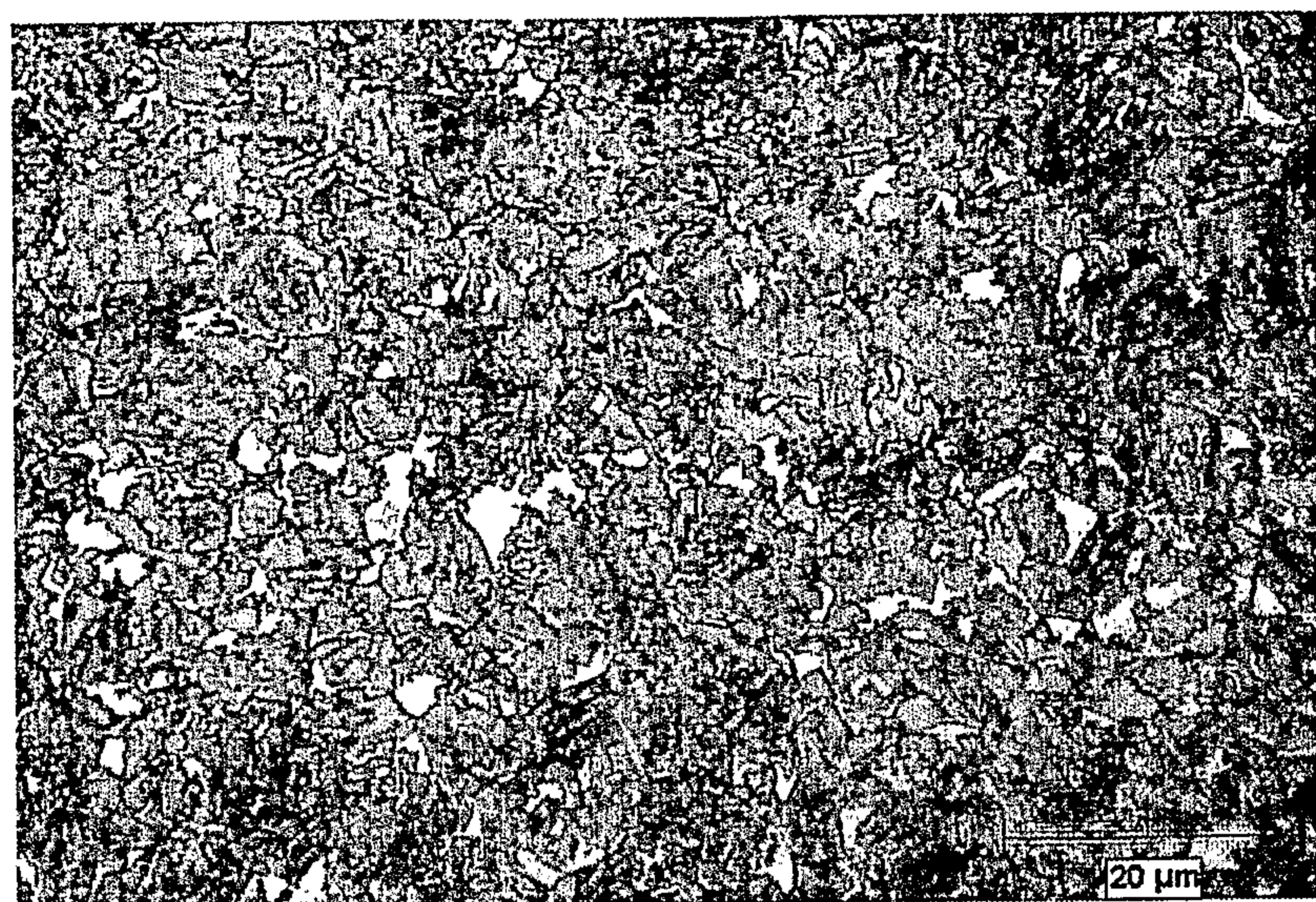


Figure 1

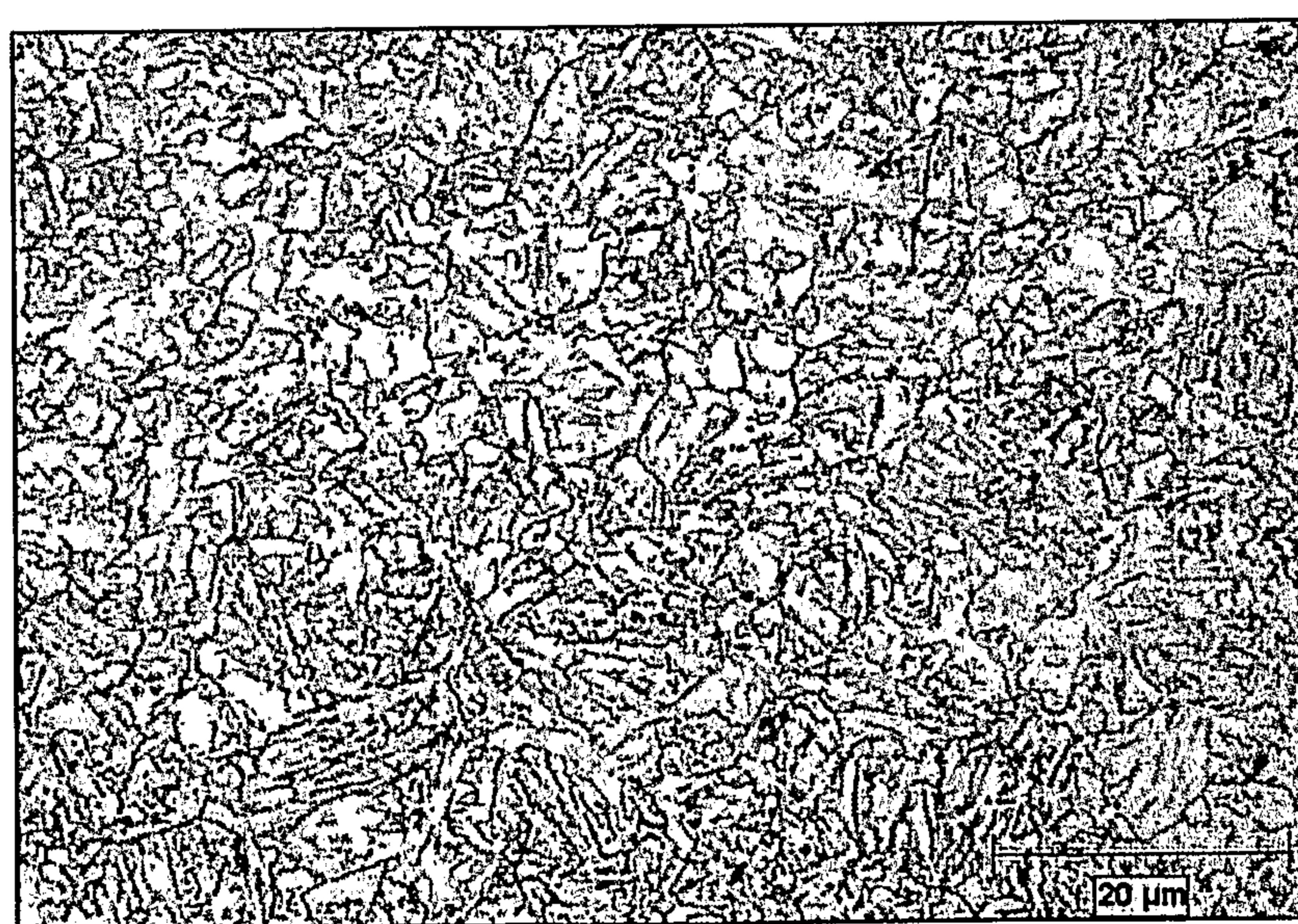


Figure 2