

## (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  
13 décembre 2012 (13.12.2012)

WIPO | PCT



## (10) Numéro de publication internationale

WO 2012/168564 A1

- (51) Classification internationale des brevets :  
*C21D 1/20* (2006.01)    *C22C 38/04* (2006.01)  
*C21D 8/02* (2006.01)    *C22C 38/06* (2006.01)  
*C21D 9/46* (2006.01)    *C22C 38/12* (2006.01)  
*C22C 38/02* (2006.01)

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

- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2011/000331

(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, RO, RS, RU, 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.

- (22) Date de dépôt international :  
7 juin 2011 (07.06.2011)

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, 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).

- (25) Langue de dépôt : français

- (26) Langue de publication : français

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

- (72) Inventeurs; et

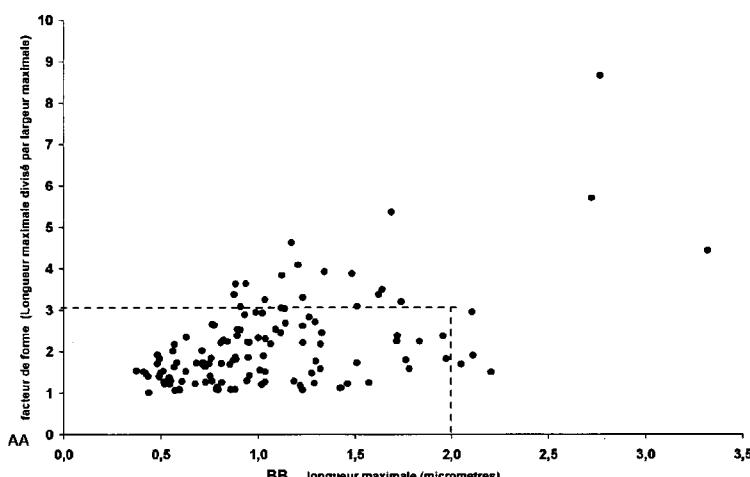
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : MBACKE, Papa, Amadou, Mactar [FR/FR]; 9, avenue de Saint Mandé, F-75012 Paris (FR). MOULIN, Antoine [FR/FR]; 1, rue au Blé, F-57000 Metz (FR).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : COLD-ROLLED STEEL PLATE COATED WITH ZINC OR A ZINC ALLOY, METHOD FOR MANUFACTURING SAME, AND USE OF SUCH A STEEL PLATE

(54) Titre : TÔLE D'ACIER LAMINÉE À FROID ET REVÊTUE DE ZINC OU D'ALLIAGE DE ZINC, PROCÉDÉ DE FABRICATION ET UTILISATION D'UNE TELLE TÔLE

**Figure 3**



AA form factor (maximum length divided by maximum length)  
BB maximum length (micrometers)

(57) Abstract : The invention relates to a TRIP steel plate, which is cold-rolled and annealed, the strength of which is 780 to 900 MPa, and the elongation at break of which is greater than 19 %, wherein the composition thereof includes, the contents being expressed in weight percent:  $0,17\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1,5\% \leq Mn \leq 2\%$ ,  $0,5\% \leq Si \leq 1\%$ , and  $0,5\% \leq Al \leq 1,2\%$ , it being understood that  $Si + Al \geq 1,30\%$ , the remainder of the composition consisting of iron and unavoidable impurities resulting from the production.

(57) Abrégé : L'invention concerne une Tôle d'acier à «effet TRIP» laminée à froid et reçue de résistance comprise entre 780 et 900MPa, d'allongement à rupture supérieur à 19 %, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,17\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1,5\% \leq Mn \leq 2\%$ ,  $0,5\% \leq Si \leq 1\%$ ,  $0,5\% \leq Al \leq 1,2\%$ , étant entendu que  $Si + Al \geq 1,30\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.



---

**Publiée :**

- *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

TÔLE D'ACIER LAMINÉE À FROID ET REVÊTUE DE ZINC OU D'ALLIAGE  
DE ZINC, PROCEDE DE FABRICATION ET UTILISATION D'UNE TELLE  
TÔLE

5 L'invention concerne la fabrication de tôles revêtues laminées à froid présentant un effet « TRIP » (Transformation Induced Plasticity) pour la fabrication de pièces par mise en forme, plus particulièrement destinées aux véhicules terrestres à moteur.

La réduction des émissions de gaz à effet de serre dans le domaine des  
10 transports terrestres est aujourd'hui un enjeu qui passe par la réduction du poids des véhicules afin de réduire leur consommation en carburant. En combinant cela avec les impératifs de sécurité des véhicules de nouvelle génération, les constructeurs automobiles sont poussés à utiliser de plus en plus d'aciers à résistance mécanique améliorée dans la carrosserie afin de  
15 réduire l'épaisseur des pièces et donc le poids des véhicules. Les pièces des véhicules de nouvelle génération ont néanmoins des formes complexes qui nécessitent une ductilité suffisante de la part des tôles d'acier dont elles sont éventuellement issues.

Dans cette perspective, les aciers dits TRIP ont connu un grand  
20 développement car ils allient une résistance élevée à une formabilité élevée. Ce bon compromis entre la résistance mécanique et la formabilité résulte de sa structure complexe comprenant de la ferrite, qui est un constituant ductile, les constituants plus durs que sont les îlots de Martensite et d'Austénite (MA) majoritairement de l'austénite résiduelle, et enfin la matrice de ferrite bainitique ayant une résistance mécanique et une ductilité intermédiaire entre la ferrite et les îlots MA. La capacité de consolidation des aciers à effet TRIP est très grande, ce qui permet une bonne répartition des déformations dans le cas d'une collision voire lors de la mise en forme de la pièce automobile. On peut réaliser ainsi des pièces aussi complexes qu'avec

des aciers conventionnels, mais avec des propriétés mécaniques plus élevées, ce qui autorise une diminution d'épaisseur pour tenir un cahier des charges fonctionnel identique en termes de comportement mécanique. De la sorte, ces aciers sont une réponse efficace aux exigences d'allègement et 5 de sécurité des véhicules. Dans le domaine des tôles laminées à chaud ou laminées à froid, ce type d'acier trouve notamment des applications pour des pièces de structures et de sécurité pour les véhicules automobiles.

Les exigences récentes d'allègement et de réduction de la consommation d'énergie ont conduit à une demande certaine d'aciers TRIP, dont la 10 résistance mécanique  $R_m$  est comprise entre 780 et 900MPa et l'allongement total est supérieur à 19% avec une éprouvette de type ISO. Outre ce niveau de résistance et de ductilité, ces aciers doivent présenter une bonne soudabilité et une bonne aptitude à la galvanisation en continu au trempé. Ces aciers doivent également présenter une bonne aptitude au 15 pliage.

Ainsi, connaît-on le document JP2001254138 qui décrit des aciers avec pour composition chimique : 0,05-0,3% C, 0,3-2,5% Si, 0,5-3,0% Mn et 0,001-2,0% Al, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables. La structure comprend de l'austénite résiduelle dont la concentration massique 20 en carbone est supérieure ou égale à 1% et la fraction volumique est comprise entre 3 et 50%, et de la ferrite dont le facteur de forme est compris entre 0,5 et 3 et le volume compris entre 50 et 97%. Ce document fait référence à un acier non revêtu, et l'invention dans le cadre de ce brevet ne permet pas de former une tôle nécessitant une résistance mécanique 25 particulière associée à une forte ductilité pour former une pièce complexe et revêtue de structure automobile.

On connaît aussi le document WO2002101112 qui décrit par ailleurs des aciers avec pour composition chimique : C: 0,0001 – 0,3%, Si: 0,001 – 2,5%, Mn: 0,001 - 3%, Al: 0,0001 - 4%, P: 0,0001 – 0,3%, S: 0,0001 – 0,1%, et

optionnellement un ou plusieurs des éléments suivants : Nb, Ti, V, Zr, Hf et Ta au total entre 0,001 to 1%, B: 0,0001 à 0,1%, Mo: 0,001 à 5%, Cr: 0,001 à 25%, Ni: 0,001 à 10%, Cu: 0,001 à 5%, Co: 0,001 à 5%, W: 0,001 à 5%, et Y, REM, Ca, Mg et Ce au total entre 0.0001 et 1%, le reste étant constitué  
5 de fer et d'impuretés inévitables. La microstructure revendiquée est constituée de 50 à 97% de ferrite ou de l'ensemble ferrite+bainite comme structure principale et d'austénite comme seconde phase avec une teneur comprise entre 3 et 50% en volume total. L'enseignement de ce document ne permet pas de former une tôle nécessitant une résistance mécanique  
10 particulière associée à une forte ductilité pour former une pièce complexe et revêtue destinée à une structure automobile.

L'invention vise à produire une tôle d'acier revêtue de Zn ou d'alliage de Zn avec une combinaison des critères de formabilité, de revêtabilité et de soudabilité améliorée. En effet, une faible sensibilité à la fragilisation par le  
15 Zinc liquide lors de la pénétration de celui-ci au cours du soudage améliore le comportement en service de la pièce revêtue et soudée. Cette fragilisation s'explique par une fusion du revêtement à base de zinc ou d'alliage de zinc due aux fortes températures imposées par le soudage. Ce faisant, le Zn liquide pénètre aux joints de grains austénitiques de l'acier et fragilise ces  
20 derniers menant à une apparition prématuée de fissure dans les zones soumises à de fortes contraintes externes lors du soudage par point par exemple.

En ce sens, l'invention vise à mettre à disposition des tôles d'acier à « effet TRIP » présentant une résistance mécanique comprise entre 780 et 900  
25 MPa conjointement avec un allongement à rupture supérieur à 19%. Ladite tôle doit être revêtable avec un revêtement de Zn ou d'alliage de Zn, et être peu sensible à la pénétration du Zn dans les joints de grain austénitique.

L'invention vise aussi à mettre à disposition un procédé de fabrication économique en évitant l'addition d'éléments d'alliage coûteux.

On peut fabriquer la tôle par tout procédé de fabrication adapté. On préfère cependant mettre en œuvre un procédé de fabrication dont de faibles variations des paramètres n'entraînent pas de modifications importantes de la microstructure ou des propriétés mécaniques.

De façon plus particulièrement préférée, on cherche à mettre à disposition une tôle d'acier aisément laminable 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.  
10 A cet effet, l'invention a pour objet une tôle d'acier laminée à froid, recuite et revêtue de zinc ou d'alliage de zinc dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids,

	$0,17\% \leq C \leq 0,25\%$
15	$1,5\% \leq Mn \leq 2,0\%$
	$0,5\% \leq Si \leq 1\%$
	$0,5\% \leq Al \leq 1,2\%$
	$B \leq 0,001\%$
	$P \leq 0,030\%$
	$S \leq 0,01\%$
20	$Nb \leq 0,030\%$
	$Ti \leq 0,020\%$
	$V \leq 0,015\%$
	$Cu \leq 0,1\%$
	$Cr \leq 0,150\%$
25	$Ni \leq 0,1\%$
	$0 \% \leq Mo \leq 0,150\%$

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

étant exprimées en fraction surfacique, de 65 à 85 % de ferrite, de 15 à 35 % d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle, ladite ferrite comprenant moins de 5% de ferrite non recristallisée, étant entendu que la teneur totale en austénite résiduelle est comprise entre 10 et 25% et que la teneur totale en martensite est inférieure ou égale à 10%.  
5

La tôle selon l'invention peut en outre présenter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou en combinaison :

— la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

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

10 — la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,8\%$$

— la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

$$0,7\% \leq Si \leq 0,9\%$$

— la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

$$0,6\% \leq Al \leq 0,8\%$$

15 — la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

$$0 \% < B \leq 0,0005\%$$

— plus de 90% en proportion surfacique des îlots de Martensite et d'austénite résiduelle ont une taille inférieure ou égale à deux micromètres.  
20

— la taille moyenne desdits îlots de martensite et d'austénite résiduelle est inférieure à 1,3 micromètre, le facteur de forme moyen desdits îlots étant inférieur à 3.

— la résistance mécanique Rm est comprise entre 780 et 900 MPa inclus, et dont l'allongement à rupture A% est supérieur ou égal à 19%.  
25

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid, recuite et revêtue de zinc ou d'alliage de zinc comprenant les étapes selon lesquelles :

- On approvisionne un acier de composition selon l'invention, puis

- On coule ledit acier sous forme de demi-produit, puis,
- On réchauffe ledit demi-produit à une température comprise entre 1150 et 1250°C, puis,
- On lamine à chaud ledit demi-produit réchauffé enachevant le laminage à une température supérieure ou égale à Ar3 pour obtenir une tôle, puis,
- On bobine ladite tôle laminée à chaud à une température T<sub>bob</sub> comprise entre 500 et 600°C puis,
- On refroidit ladite tôle laminée à chaud jusqu'à la température ambiante, puis,
- Si nécessaire, on décape ladite tôle laminée à chaud, puis,
- On lamine à froid ladite tôle, puis,
- On réchauffe ladite tôle laminée à froid à une vitesse V<sub>c</sub> comprise entre 1 et 30°C/s jusqu'à une température T<sub>r</sub> pendant une durée t<sub>r</sub> supérieure ou égale à 15 secondes, lesdites températures et durées étant choisies afin d'obtenir une fraction surfacique comprise entre 35 et 70% d'austénite, le reste étant de la ferrite dite polygonale, puis,
- On refroidit ladite tôle laminée à froid jusqu'à une température T<sub>eg</sub> comprise entre 475 et 440°C à une vitesse V<sub>ref</sub> suffisamment rapide pour permettre d'éviter la formation de perlite, puis
- On maintient à la température d'égalisation T<sub>eg</sub> ladite tôle laminée à froid pendant une durée t<sub>eg</sub> comprise entre 20 et 120 secondes, puis,
- On revêt par immersion au trempé à chaud en continu ladite tôle laminée à froid dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc, puis,
- On refroidit ladite tôle laminée à froid et revêtue jusqu'à la température ambiante.

Le procédé selon l'invention peut en outre présenter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou en combinaison :

— la température de recuit T<sub>r</sub> est comprise entre Ac1+50°C et Ac3-50°C.

— la température  $T_r$  est comprise entre  $Ac_1+50^\circ\text{C}$  et  $Ac_1+170^\circ\text{C}$ .

L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle laminée à froid recuite et revêtue, selon l'invention ou obtenue par un procédé selon l'invention pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité pour les

5 véhicules terrestres à moteur.

La tôle selon l'invention est apte au soudage par résistance par point.

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 selon lesquelles :

10 -La figure 1 présente les dimensions de l'éprouvette de traction utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques, ces dimensions sont chiffrées dans le tableau 4.

-La figure 2 présente un exemple de microstructure d'une tôle d'acier selon l'invention avec en blanc les îlots MA et en noir la matrice comprenant la ferrite polygonale, et la bainite.

15 -La figure 3 présente un exemple de la distribution des facteurs de forme des îlots MA de l'invention selon leur longueur maximale respective.

Ainsi dans le cadre de l'invention, l'influence de la fraction d'austénite formée lors du maintien intercritique et sa combinaison avec la température 20 d'égalisation sur le comportement mécanique final de la tôle d'acier a été révélée.

Le carbone joue un rôle important sur la formation de la microstructure et sur les propriétés mécaniques en termes de ductilité et de résistance via l'effet TRIP: au-dessous de 0,17% en poids, la résistance mécanique devient 25 insuffisante. Au-delà de 0,25%, la soudabilité devient de plus en plus réduite alors que l'effet TRIP sera amélioré. De manière préférentielle, la teneur en carbone se trouvera entre 0,19 et 0,23% inclus.

Le manganèse est un élément durcissant par solution solide de substitution qui augmente la trempabilité et ralentit la précipitation de carbures. Une

teneur minimale de 1.5 % en poids est nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques désirées. Cependant, au-delà de 2%, son caractère gammagène conduit à la formation d'une structure en bandes trop marquée pouvant nuire aux propriétés de mise en forme de la pièce de structure  
5 automobile, de plus la revêtabilité serait réduite. De manière préférentielle, la teneur en manganèse sera comprise entre 1,6 et 1,8% inclus.

La stabilisation de l'austénite résiduelle est rendue possible par l'addition de silicium et d'aluminium qui ralentissent considérablement la précipitation des carbures lors du cycle de recuit et plus particulièrement lors de la  
10 transformation bainitique. Cela va permettre l'enrichissement de l'austénite en carbone, menant à sa stabilisation à la température ambiante sur la tôle d'acier recuite. Par la suite, l'application d'une contrainte extérieure, de mise en forme par exemple, va conduire à la transformation de cette austénite en martensite. Cette transformation est à l'origine du bon compromis entre la  
15 résistance mécanique et la ductilité des aciers TRIP.

Le silicium est un élément qui durcit en solution solide de substitution. Cet élément joue, en outre, un rôle important dans la formation de la microstructure en ralentissant la précipitation des carbures lors du palier d'égalisation après le refroidissement primaire, ceci permet de concentrer le  
20 Carbone dans l'austénite résiduelle pour sa stabilisation. Le silicium joue un rôle effectif combiné avec celui de l'aluminium dont le meilleur résultat est obtenu, au regard des propriétés visées, au-delà de 0,50%. Cependant, une addition de silicium en quantité supérieure à 1% risque de nuire à l'aptitude au revêtement au trempé en favorisant la formation d'oxydes adhérents à la  
25 surface des produits : sa teneur doit être limitée à 1% en poids pour faciliter la revêtabilité au trempé. Préférentiellement, la teneur en silicium sera comprise entre 0,7 et 0,9% inclus. En outre, le silicium diminue la soudabilité : une teneur inférieure ou égale à 1% permet d'assurer simultanément une très bonne aptitude au soudage ainsi qu'une bonne

revêtabilité.

L'aluminium joue un rôle important dans l'invention en ralentissant fortement la précipitation des carbures, son effet est combiné avec celui du silicium, étant entendu que les teneurs pondérales en silicium et en aluminium sont 5 telles que :  $\text{Si}+\text{Al} \geq 1.30\%$  afin de retarder suffisamment la précipitation des carbures et stabiliser l'austénite résiduelle. Cet effet est obtenu lorsque la teneur en aluminium est supérieure à 0,50%, et lorsque celle-ci est inférieure à 1,2%. Préférentiellement, celle-ci sera inférieure ou égale à 0,8% et supérieure ou égale à 0,6%. On considère en effet habituellement que des 10 teneurs élevées en Al accroissent l'érosion des réfractaires et le risque de bouchage des busettes lors de la coulée de l'acier en amont du laminage. De plus l'aluminium ségrage négativement et, il peut mener à des macro-ségrégations. En quantité excessive, l'aluminium diminue la ductilité à chaud et augmente le risque d'apparition de défauts en coulée continue. Sans un 15 contrôle poussé des conditions de coulée, les défauts de type micro et macro ségrégations donnent, in fine, une ségrégation centrale sur la tôle d'acier recuite. Cette bande centrale sera plus dure que sa matrice circonvoisine et nuira à la formabilité du matériau.

Au-delà d'une teneur en soufre de 0,01%, la ductilité est réduite en raison de 20 la présence excessive de sulfures tels que MnS (sulfures de manganèse) qui diminuent l'aptitude à la déformation, c'est en effet une source d'initiation de fissures. En outre, c'est un élément résiduel dont on veut limiter la teneur. Le phosphore est un élément qui durcit en solution solide mais qui diminue considérablement la soudabilité par points et la ductilité à chaud, 25 particulièrement en raison de son aptitude à la ségrégation aux joints de grains ou à sa tendance à la co-ségrégation avec le manganèse. Pour ces raisons, sa teneur doit être limitée à 0,03% afin d'obtenir une bonne aptitude au soudage par points et une bonne ductilité à chaud. En outre, c'est un élément résiduel dont on veut limiter la teneur.

Le molybdène joue un rôle efficace sur la trempabilité, la dureté et retarde l'apparition de la bainite. Cependant, son addition accroît excessivement le coût des additions d'éléments d'alliage, ainsi pour des raisons économiques, sa teneur est limitée à 0,150% voire à 0,100%.

- 5 Le chrome, par son rôle sur la trempabilité, contribue également à retarder la formation de ferrite pro-eutectoïde. En outre cet élément est un durcissant par solution solide en substitutionnel, cependant, pour des raisons économiques, sa teneur est limitée à 0,150 % voire à 0,100% car c'est un élément d'alliage couteux.
- 10 Le nickel, qui est un puissant stabilisateur d'austénite, va promouvoir la stabilisation de cette dernière. Cependant, au delà de 0,1%, le coût de l'addition en éléments d'alliage est financièrement peu viable. La teneur en nickel est donc limitée à 0,1% pour des raisons économiques.
- 15 Le cuivre, qui est aussi un stabilisateur d'austénite, va promouvoir la stabilisation de cette dernière. Cependant, au delà de 0,1%, le coût de l'addition en éléments d'alliage devient financièrement prohibitif. La teneur en cuivre est donc limitée à 0,1% pour des raisons économiques.
- 20 Le bore agit fortement sur la trempabilité de l'acier. Il limite l'activité du carbone, et limite les transformations de phase diffusives (transformation ferritique ou bainitique lors du refroidissement), poussant ainsi à la formation de phases durcissante telles que la martensite. Cet effet n'est pas souhaitable dans l'invention car on souhaite promouvoir la transformation bainitique afin de stabiliser l'austénite et éviter la formation d'une trop forte proportion surfacique de Martensite. Ainsi, la teneur en bore est limitée à 25 0,001%.
- Les éléments de micro-alliage tels que le niobium, le titane et le vanadium sont respectivement limités aux teneurs maximales de 0,030%, 0,020% et 0,015% car ces éléments ont la particularité de former des précipités durcissant avec le carbone et/ou l'azote qui tendent aussi à réduire la

ductilité du produit. En outre, ils retardent la recristallisation lors de l'étape de chauffe et maintient du recuit et affinent donc la microstructure, ce qui durcit aussi le matériau.

Le reste de la composition est constitué de fer et d'impuretés inévitables 5 résultant de l'élaboration.

Les aciers à effet dit TRIP ont une microstructure comprenant des îlots d'austénite résiduelle et de martensite dits « îlots MA » ainsi que de la ferrite. Cette ferrite pouvant être dissociée en deux catégories : la ferrite dite 10 intercritique qui est la ferrite polygonale, formée lors du maintien après la chauffe lors du recuit à  $T_r$  et la ferrite dite bainitique, exempte de carbures, formée, après le maintien, lors du refroidissement primaire et pendant le palier d'égalisation lors du recuit. Le terme « ferrite » englobera ces deux sous-catégories dans la suite. La martensite, présente dans la

15 microstructure, n'est pas désirée mais sa présence est difficilement évitable.

Les propriétés avantageuses de la tôle selon l'invention sont obtenues grâce 20 à la combinaison d'une microstructure comprenant de la ferrite polygonale, de la ferrite bainitique et des îlots d'austénite résiduelle et de la martensite avec une composition chimique particulière et définie dans les revendications.

On évitera, dans le cadre de l'invention, de former plus de 5% de ferrite non recristallisée. Cette proportion de ferrite non recristallisée est évaluée de la façon suivante : après avoir identifié la phase ferritique au sein de la 25 microstructure, on quantifie le pourcentage surfacique de ferrite non recristallisée rapportée à la totalité de la phase ferritique. Cette ferrite non recristallisée présente très peu de ductilité, elle est source d'initiation de fissure lors de la mise en forme finale et ne permet pas d'obtenir les caractéristiques visées par l'invention.

Selon l'invention, la microstructure est constituée, les teneurs étant exprimées en fraction surfacique, de 65 à 85 % de ferrite, 15 à 35 % d'ilots de martensite et d'austénite résiduelle, étant entendu que la teneur totale en austénite résiduelle est comprise entre 10 et 25% et que la teneur totale en 5 martensite est inférieure ou égale à 10% en proportion surfacique.

Une quantité d'ilots MA inférieure à 15% ne permet pas d'augmenter de façon significative la résistance à l'endommagement. Ainsi, l'allongement total de 19% ne serait pas atteint. De plus, les îlots MA étant durs, si leur teneur est inférieure à 15%, on risque de ne pas atteindre les 780 MPa 10 visés. Au-delà de 35%, il faudrait une teneur en carbone élevée pour suffisamment la stabiliser et cela nuirait à la soudabilité de l'acier. Préférentiellement, la teneur massique en carbone de l'austénite résiduelle est supérieure à 0,8% afin d'obtenir suffisamment d'ilots MA stables à température ambiante. La ferrite permet dans le cadre de l'invention 15 d'améliorer la ductilité, la présence de cette structure ductile est nécessaire afin d'atteindre les 19% d'allongement total visés. La ferrite bainitique permet de stabiliser l'austénite résiduelle.

La figure 2 illustre une microstructure selon l'invention avec une image issue 20 d'un microscope optique. Les îlots MA apparaissent en blanc et la ferrite est en noir. On ne distingue pas à ce stade la ferrite polygonale de la ferrite bainitique car le grossissement est trop faible et dans les deux cas, on a une structure cubique centrée du point de vue cristallographique. La principale différence étant que la ferrite bainitique a une densité de dislocations et une teneur en carbone supérieures à la ferrite inter-critique polygonale.

25 Par exemple, le procédé selon l'invention peut comporter les étapes successives suivantes :

On approvisionne un acier de composition selon l'invention puis 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

-Les demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température  $T_{rech}$  supérieure à 1150 °C et inférieure à 1250°C pour atteindre en tout point une température favorable aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage. Cet intervalle de température permet d'être dans le domaine 5 austénitique.

Cependant, si la température  $T_{rech}$  est supérieure à 1275°C, les grains austénitiques croissent de façon indésirable et mèneront à une structure finale plus grossière.

-On lamine à chaud le demi-produit dans un domaine de température où la 10 structure de l'acier est donc totalement austénitique : si la température de fin de laminage  $T_{FL}$  est inférieure à la température de début de transformation de l'austénite en ferrite au refroidissement Ar3, les grains de ferrite sont écrouis par le laminage et la ductilité est considérablement réduite. Préférentiellement, on choisira une température de fin de laminage 15 supérieure à 900°C.

-On bobine ensuite le produit laminé à chaud à une température  $T_{bob}$  comprise entre 500 et 600°C. Cette gamme de température permet d'obtenir une transformation bainitique complète pendant le maintien quasi-isotherme associé au bobinage suivi d'un refroidissement lent. Une température de 20 bobinage supérieure à 600°C conduit à la formation d'oxides non désirés.

Lorsque la température de bobinage est trop basse, la dureté du produit est augmentée, ce qui augmente les efforts nécessaires lors du laminage à froid ultérieur.

-On peut ensuite, si nécessaire, décaper le produit laminé à chaud selon un 25 procédé connu en lui-même, puis on effectue un laminage à froid avec un taux de réduction compris préférentiellement entre 30 et 80%.

-On chauffe ensuite le produit laminé à froid, préférentiellement au sein d'une installation de recuit continu, avec une vitesse moyenne de chauffage  $V_c$  comprise entre 1 et 30°C/s. En relation avec la température de recuit  $T_r$

ci-dessous, cette gamme de vitesse de chauffage permet d'obtenir une fraction de ferrite non recristallisée inférieure à 5%.

Le chauffage est effectué jusqu'à une température de recuit  $T_r$ , de préférence comprise entre la température  $Ac1$  (température de début de transformation allotropique au chauffage) + 50°C, et  $Ac3$  (température de fin de transformation allotropique au chauffage) -50°C, et pendant un temps  $t_r$  choisis de telle sorte que l'on obtienne entre 35 et 70% d'austénite intercritique. Cela pourra notamment être obtenu en choisissant, par souci d'économie d'énergie, la température  $T_r$  entre  $Ac1+50^\circ\text{C}$  et  $Ac1+170^\circ\text{C}$ .

10 Lorsque  $T_r$  est inférieure à ( $Ac1+50^\circ\text{C}$ ), la structure peut comporter encore des zones de ferrite non recristallisée dont la fraction surfacique peut atteindre 5%. Une température de recuit  $Tr$  selon l'invention permet d'obtenir une quantité d'austénite inter-critique suffisante pour former ultérieurement au refroidissement de la ferrite en quantité telle que l'austénite résiduelle 15 sera suffisamment stabilisée et les caractéristiques mécaniques désirées seront atteintes.

Lorsque la fraction d'austénite inter-critique est supérieure à 70%, à la température  $Tr$ , sa concentration en carbone est faible, cela conduit à une transformation ultérieure trop rapide et trop abondante en ferrite polygonale et bainitique respectivement lors du refroidissement et du palier d'égalisation entre 440 et 475°C. La ferrite étant une phase peu dure, sa présence en trop grande quantité ne permettra pas d'atteindre la cible de 780 MPa et d'avoir un allongement total  $\geq 19\%$ .

La durée de maintien  $t_{rec}$  est comprise entre 15 et 300s. Une durée de 25 maintien minimale  $t_r$  supérieure ou égale à 15 secondes à la température  $Tr$  permet la dissolution des carbures, et surtout une transformation suffisante en austénite. L'effet est saturé au delà d'une durée de 300 s. Un temps de maintien supérieur à 300s est également difficilement compatible avec les exigences de productivité des installations de recuit continu, en particulier la

vitesse de défilement de la bobine.

A la fin du maintien de recuit, on refroidit la tôle jusqu'à atteindre une température proche de la température  $T_{eg}$ , la vitesse de refroidissement  $V_{ref}$  étant suffisamment rapide pour éviter toute transformation au refroidissement et particulièrement la formation de la perlite avide de carbone. A cet effet, la vitesse de refroidissement  $V_{ref}$  est préférentiellement supérieure à 5°C/s. Une transformation partielle de l'austénite en ferrite intervient à ce stade. Celle-ci permet, lors de l'expulsion du C vers l'austénite, celui-ci étant peu soluble dans la ferrite, de stabiliser cette dernière pour promouvoir l'effet TRIP.

Le maintien dans la gamme de température 440°C à 475°C doit être supérieur à 20 secondes afin de permettre la stabilisation de l'austénite par enrichissement en carbone de ladite austénite, et inférieur à 120s de façon à limiter la proportion surfacique de ferrite et limiter au maximum la précipitation de carbures.

On effectue ensuite la galvanisation au trempé par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc dont la température  $T_{Zn}$  peut être comprise entre 440 et 475°C.

Par exemple, la composition du bain de Zinc ou d'alliage de Zn pouvant être telle que :

Al(%) +Fe(%) +10 (Pb+Cd) < 0,55%, le complément à 100% étant constitué de Zn.

On refroidit ensuite le produit galvanisé à une vitesse  $V_{ref2}$  supérieure à 2°C/s jusqu'à la température ambiante. On obtient de la sorte une tôle d'acier laminée à froid, recuite et galvanisée comprenant en proportion surfacique 65 à 85 % de ferrite et 15 à 35% d'ilots de Martensite et d'austénite résiduelle, étant entendu que la teneur en austénite résiduelle est comprise entre 10 et 25%.

Les procédés de revêtement par électro-zingage ou le dépôt par PVD pour « Physical Vapor Deposition » conviennent aussi.

La présente invention va être maintenant illustrée à partir des exemples suivants donnés à titre non limitatif :

- 5 On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous, exprimée en pourcentage pondéral. Les aciers IX1, IX2, IX3 et IX4 ayant servis à la fabrication de tôles selon l'invention, on a indiqué, à titre de comparaison la composition des aciers R1 à R6 ayant servi à la fabrication de tôles de référence.

Aacier	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Al (%)	Si+Al (%)	B (%)	P (%)	S (%)	Nb (%)	Ti (%)	Cu (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (%)
Ix1	0,215	1,670	0,805	0,695	1,500	0,0004	0,0086	0,0018	0,0006	0,0051	0,020	0,038	0,0174	0,0020	0,0045
Ix2	0,170	1,750	0,775	0,605	1,380	0,0002	0,023	0,0024	0,001	0,002	0,006	0,012	0,020	0,015	0,0007
Ix3	0,205	1,780	0,775	0,705	1,480	0,0003	0,025	0,0023	0,001	0,002	0,005	0,012	0,016	0,003	0,0007
Ix4	0,170	1,622	0,727	0,840	1,567	0,0002	0,018	0,0021	0,030	0,0045	0,024	0,025	0,021	0,002	0,0004
R1	0,175	1,615	0,326	1,225	1,551	0,00035	<u>0,08</u>	0,0020	0,0003	0,0120	0,017	0,020	0,021	0,0019	0,0042
R2	0,200	1,647	<u>1,599</u>	<u>0,035</u>	1,634	0,0003	0,010	0,004	0,001	0,0020	0,008	0,015	0,019	0,0020	0,0043
R3	<u>0,160</u>	1,720	0,775	0,605	1,380	0,0002	0,025	0,0021	0,003	0,002	0,006	0,012	0,018	0,015	0,0004
R4	<u>0,155</u>	1,611	0,793	<u>0,797</u>	1,590	0,0003	0,019	0,0011	0,001	0,012	0,001	0,003	0,001	0,001	0,00011
R5	<u>0,159</u>	1,593	0,806	0,785	<u>1,591</u>	0,0001	0,023	0,0015	0,003	<u>0,044</u>	0,001	0,009	0,001	0,009	0,0003
R6	0,166	1,605	0,722	0,835	1,557	0,0004	0,017	0,001	<u>0,041</u>	0,0045	0,024	0,025	0,020	0,005	0,0004

Tableau 1 Compositions d'aciérs (% poids). R<sub>i</sub>= Références n°i

Valeurs soulignées : Non conformes à l'invention.

Des demi-produits coulés correspondant aux compositions ci-dessus ont été coulés, réchauffés à 1230°C puis laminés à chaud dans un domaine où la structure est entièrement austénitique. Les conditions de fabrication de ces produits laminés à chaud (température de fin de laminage  $T_{FL}$  et température de bobinage  $T_{bob}$ ) sont indiquées au tableau 2.

Acier	$T_{FL}$ (°C)	$Ar_3$ (°C)	$T_{bob}$ (°C)
I X1	920	713	580
I X2	>920	716	550
I X3	>920	702	550
I X4	>920	726	535
R1	910	726	550
R2	915	715	540
R3	922	721	560
R4	>920	774	540
R5	>920	690	540
R6	>920	687	540

Tableau 2 : Conditions de fabrication des produits laminés à chaud

Les produits laminés à chaud ont tous été ensuite décapés puis laminés à froid avec un taux de réduction compris entre 30 et 80%. A partir d'une même composition, certains aciers ont fait l'objet de différentes conditions de fabrication.

Le tableau 3 indique les conditions de fabrication des tôles recuites après laminage à froid :

- Vitesse de chauffage  $V_c$
- Teneur en austénite initiale à la fin du maintien (intercritique)  $\gamma_{init}$
- Température de recuit  $T_r$
- Temps de maintien au recuit  $t_r$

- Vitesse de refroidissement après recuit  $V_{ref}$
  - Vitesse de refroidissement après galvanisation  $V'_{ref}$
  - Température d'égalisation  $T_{eg}$
  - Durée sur le palier d'égalisation  $t_{eg}$
- 5 Les températures de transformation Ac1 et Ac3 ont également été portées au tableau 3.
- On a également déterminé la microstructure des aciers TRIP avec quantification de la teneur en austénite résiduelle. Les fractions surfaciques d'îlots MA ont été quantifiées après attaque de type métabisulfite, Klemm ou
- 10 Lépera, suivies par une analyse d'image grâce au logiciel Aphelion<sup>TM</sup>. Les tôles ont toutes été revêtues de Zn.
- Les températures de fin de laminage ont été estimées dans certains cas mais celles-ci restent comprises entre 900 et 1000°C quand il est mentionné qu'elles sont supérieures à 920°C.
- 15 L'inscription « n.e » signifie « non-évalué ».

Essai	Compo sition d'acier	Vc (°C/ s)	A <sub>c1</sub> - A <sub>c3</sub> (°C)	Tr (°C)	t <sub>r</sub> (s)	Y <sub>init</sub> (%)	V <sub>ref</sub> (°C/ s)	T <sub>eg</sub> (°C)	t <sub>eg</sub> (s)	V' <sub>ref</sub> (°C/ s)
1	IX1	4	729- 920	815	45	37	35	460	45	5
2	IX1	4	729- 920	850	45	62	35	460	45	5
3	IX1	5	729- 920	770	45	<u>25</u>	35	460	45	5
4	IX1	4,4	729- 920	840	55	60	55,5	<u>430</u>	<u>180</u>	8,7
5	IX2	4,4	727- 1059	800	67	30	34	460	43	5
6	IX2	4,4	727- 1059	830	67	35	34	460	43	5
7	IX3	4,4	729- 1090	800	67	35	34	460	43	5
8	IX3	4,4	729- 1090	830	67	40	34	460	43	5
9	IX4	4,4	727- 1154	780	67	30	34	460	43	5
10	IX4	4,4	727- 1154	820	67	35	34	460	43	5
11	IX4	4,4	727- 1154	850	67	40	34	460	43	5
12	IX4	3	727- 1154	800	128	32	21	460	<u>314</u>	6
13	R1	6	729- 1115	850	39	40	47	460	33	7
14	R1	6	729- 1115	770	39	<u>24</u>	44	460	33	6
15	R2	4	752- 875	830	46	50 à 65	32	460	45	4,4
16	R2	3	752- 875	830	118	50 à 65	37	<u>400</u>	<u>270</u>	87
17	R3	5,5	726- 1050	830	37	40 à 55	40	460	36	6
18	R3	4,4	726- 1050	830	37	40 à 55	56	<u>420</u>	<u>180</u>	6

Tableau 3 : Conditions de fabrications des tôles laminées à froid et recuites

Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

Essai	Composition d'acier	$V_c$ (°C/s)	$V_{init}$ (%)	Tr	$A_{c1}-A_{c3}$ (°C)	$t_r$ (s)	$V_{ref}$ (°C/s)	$T_{eg}$ (°C)	$t_{eg}$ (s)	$V^{ref}$ (°C/s)
19	R4	5,5	<u>20</u>	780	729-114	36	43	460	34	5,5
20	R4	5,5	<u>25</u>	850	729-114	36	43	460	34	5,5
21	R5	5,5	<u>20</u>	780	717-113	36	43	460	34	5,5
22	R5	5,5	<u>25</u>	850	717-113	36	43	460	34	5,5
23	R6	5,5	<u>20</u>	780	714-114	36	43	460	34	5,5
24	R6	5,5	<u>25</u>	850	714-114	36	43	460	34	5,5

Tableau 3 (suite): Conditions de fabrications des tôles laminées à froid et recuites

Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

- 5 Les propriétés mécaniques de traction obtenues (limite d'élasticité Re, résistance Rm, allongement à rupture A ont été portées au tableau 5 ci-dessous. Celles-ci sont obtenues en utilisant une éprouvette de type ISO 20x80 avec les dimensions du tableau 4 illustrées dans la figure 1. Les tractions uni-axiales permettant d'obtenir ces propriétés mécaniques étant faites dans le sens perpendiculaire à celui du laminage à froid.
- 10

Tableau 4 : Dimensions des éprouvettes de traction, les unités étant exprimées en mm (la figure 1 illustre les longueurs mentionnées)

Type	b	Lo	Lc	R	T	Lt	Dimensions ébauche
ISO 20x80	20	80	100	20	30	260	260 x 32

- L'aptitude à la revêtabilité a été quantifiée de la façon suivante : une tôle est pliée à bloc à 180°, puis, sur la surface extérieure pliée est appliqué un scotch, lors du retrait du scotch, si le revêtement est adhérent, le revêtement n'est pas arraché. Si le revêtement n'est pas adhérent, le revêtement s'arrache avec le scotch.
- De même la sensibilité à la fragilisation par pénétration de Zn liquide est évaluée par un test de soudage sur pièce revêtue de Zn. Le test consistant à observer au microscope les fissures et leur profondeur selon le matériau et le procédé utilisé, le classement est ensuite fait en relatif.
- Pour ces deux tests, la cotation est exprimée de 1 (mauvaise revêtabilité/ sensible au Zn liquide) à 5 (très bonne aptitude à la revêtabilité/peu sensible au Zn liquide) Des résultats cotés 1-2 sont considérés comme non satisfaisants.

Tôle d'acier	Fraction d'ilots MA (MA %)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Sensibilité au Zn liquide	Revêtabilité au Zn liquide au trempé	Longueur moyenne des îlots MA ( $\mu\text{m}$ )
1	19	444	796	27	3	5	1,06
2	22	445	787	27	3	5	1,06
3	$\leq 15$	425	<u>735</u>	28	3	5	n.e
4	$\leq 15$	460	<u>730</u>	32	3	5	n.e
5	$15 < X < 21$	376	802	22	4	5	<1,3
6	$15 < X < 21$	380	805	22	4	5	<1,3
7	$15 < X < 21$	389	844,5	19	3	5	1,04
8	$15 < X < 21$	386	829	20	3	5	1,04
9	$15 < X < 21$	560	889	20	4	5	<1,1
10	$15 < X < 21$	568	860	19	4	5	<1,1
11	$15 < X < 21$	557	861	19	4	5	<1,1
12	$15 < X < 21$	577	857	<u>15,3</u>	4	5	<1,1
13	15	475	<u>735</u>	27	4	5	n.e
14	13	429	<u>684</u>	29	4	5	n.e
15	>22	437	<u>933</u>	21,6	<u>2</u>	<u>2</u>	<u>1,6</u>
16	20	540	820	31	<u>2</u>	<u>2</u>	<u>1,74</u>
17	$\leq 15$	474	<u>735</u>	24	3	5	n.e
18	$\leq 15$	450	<u>705</u>	25,4	3	5	n.e
19	$\leq 15$	411	<u>737</u>	27	4	5	n.e
20	$\leq 15$	426	<u>729</u>	28	4	5	n.e
21	$\leq 15$	700	963	<u>15</u>	4	5	n.e
22	$\leq 15$	640	875	<u>17</u>	4	5	n.e
23	$\leq 15$	555	869	<u>14</u>	4	5	n.e
24	$\leq 15$	557	880	<u>18</u>	4	5	n.e

Tableau 5 Résultats obtenus sur les tôles laminées à froid et recuites

Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

Les tôles d'acières selon l'invention présentent un ensemble de

caractéristiques microstructurales et mécaniques permettant la fabrication avantageuse de pièces, notamment pour des applications de pièces de structure : résistance comprise entre 780 et 900 MPa, allongement à rupture supérieur à 19% avec une éprouvette de type ISO 20x80 tel que décrit par le 5 tableau 4, bonne aptitude à la revêtabilité et peu sensible à la fragilisation par la pénétration du Zinc liquide. La figure 2 illustre la morphologie de la tôle d'acier 1 avec les îlots MA en blanc.

Les tôles IX1, IX2, IX3 et IX4 sont conformes à l'invention du point de vue de la composition chimique. Les essais associés à ces compositions allant de 1 10 à 12 permettent de montrer la stabilité des propriétés obtenues et de démontrer les limites du procédé de fabrication pour obtenir la tôle de l'invention.

Les compositions chimiques IX1, IX2, IX3 et IX4 associés aux essais selon l'invention (1,2, et 5 à 11 inclus) sont peu sensibles à la pénétration du zinc 15 liquide, notamment lors du soudage par résistance par points. Ceux-ci présentent une bonne revêtabilité et des îlots MA qui ont, de manière surprenante, une moyenne de 1,06 micromètre, donc des grains fins. En outre, leur résistance mécanique est comprise entre 780 et 900 MPa et leur allongement total est largement supérieur à 19%. La figure 2 illustre la 20 microstructure de la tôle de l'essai 1. Chaque îlot de Martensite/Austénite dit « îlot MA » est caractérisé par sa longueur maximale et sa largeur maximale. Sur la base d'un échantillon représentatif de plus de 100 îlots caractérisés, la moyenne de la longueur des îlots est étonnamment basse et égale à 1.06 micromètres. L'intervalle de confiance est de 95% pour avoir une moyenne 25 située entre 0.97 et 1.15 micromètres. Le plus petit îlot a été mesuré à 0.38 micromètre et le plus long à 3.32 micromètres. Le premier quartile, soit le plus grand îlot des 25% d'îlots les plus petits, a été mesuré à 0.72 micromètre; tandis que le troisième quartile, soit le plus petit des 25% d'îlots les plus longs, a été mesuré à 1.29 micromètres. La médiane a été calculée

à 0.94 micromètres. La proximité entre la médiane et la moyenne est un bon indicateur que les données présentent une distribution centrée sur une longueur de 1 micromètre à 0,1µm près. Les îlots MA sont aussi caractérisés par leur facteur de forme, c'est-à-dire le ratio entre leur longueur et leur largeur maximale  $\frac{L_{\max}}{L_{\min}}$ . Les îlots MA de l'essai 1 ont une distribution de facteur de forme représentée par la figure 3. La moyenne des facteurs de forme est de 2.15. L'intervalle de confiance est de 95% pour avoir une moyenne de facteur de forme située entre 1.95 et 2.34.

L'essai 3 associé à la composition chimique IX1 a une teneur en austénite à la fin du maintien  $\gamma_{\text{init}}$  trop faible car la température de maintien est en dessous de  $\text{Ac}1+50^{\circ}\text{C}$ , en conséquence, la fraction surfacique d'îlots MA finale est trop faible et cette caractéristique microstructurale est associée à une diminution de la résistance mécanique dans le cadre de l'invention.

L'essai 4 associé à la composition chimique IX1 a vu un recuit à une température permettant d'obtenir 60% d'  $\gamma_{\text{init}}$  et se trouve donc dans l'intervalle revendiqué par l'invention. Cependant la température de galvanisation Teg est de  $430^{\circ}\text{C}$ , elle est donc trop basse et le temps d'égalisation teg est de 180 secondes ce qui est trop long. Ainsi, la fraction surfacique desdits îlots est trop faible et la conséquence est une résistance mécanique inférieure à 780 MPa.

L'essai 12, associé à la composition chimique IX4, a vu un palier d'égalisation teg de 314 secondes, ce qui est au-dessus de la spécification dans le cadre de l'invention qui est de 120 secondes, ainsi l'allongement total est trop faible à 15,3%.

R1 présente une composition chimique sortant de la cible de l'invention. En effet R1 présente une teneur en Si trop faible et une teneur en phosphore trop élevée. Ainsi les essais 13 et 14 présentent des propriétés de résistance mécaniques non satisfaisantes par rapport aux cibles de

l'invention car en dessous de 780 MPa malgré un respect des conditions de fabrication pour l'essai 13. L'essai 14 présente aussi une température de recuit  $T_r$  inférieure à  $Ac1+50^\circ C$ .

Les compositions chimiques R3 et R4 sont non conformes à l'invention car 5 les teneurs massiques en carbone sont inférieures à 0,17%. Les essais 17, 18, 19 et 20 associés à R3 (17 et 18) et R4 (19 et 20) ne permettent pas d'atteindre 780 MPa. Les fractions d'ilots MA obtenues à la fin dudit recuit sont trop faible car il n'y a pas assez de carbone pour stabiliser l'austénite et former suffisamment d'ilots MA. La teneur de ces derniers est donc trop 10 faible et par conséquent la résistance mécanique est inférieure à 780 MPa pour ces essais.

La composition chimique R2 est non conforme à l'invention car la teneur en Si est supérieure à 1% et celle en aluminium inférieure à 0,5%. Deux essais 15 sont issus de cette composition chimique, les essais 15 et 16. L'essai 15 ne correspond pas à l'invention malgré un cycle de recuit correspondant à la revendication. La fraction d'ilots MA à la fin dudit recuit est trop élevée du fait du double effet durcissant du silicium et de son pouvoir ferritisant inférieur à celui de l'Aluminium. En effet, la ferrite est une structure molle comparée aux îlots MA et l'utilisation des éléments ferritisant adoucit la tôle 20 d'acier, l'aluminium aurait ici servi à rééquilibrer les duretés pour obtenir une tôle dont la résistance mécanique est inférieure à 900 MPa. Ainsi, la résistance mécanique de la tôle d'acier 15 est supérieure à 900 MPa et la taille moyenne des îlots MA est nettement supérieure à 1,3 micromètres. Pareille taille de grain va faciliter la connectivité entre les grains et accélérer 25 la propagation d'une fissure déjà formée. En outre, la sensibilité à la pénétration du Zinc (2/5) liquide de cette référence est inférieure au minimum visé pour l'invention (3/5).

L'essai 16 ne correspond pas à l'invention, la taille moyenne des îlots MA est largement au-dessus de 1,3 micromètres. En outre, la teneur en silicium

va mener à la formation d'oxides de silicium en surface lors du recuit avant la galvanisation au trempé. Ainsi la revêtabilité de ce produit sera inférieure à la note minimum visée de 3 sur 5. Sa sensibilité à la pénétration du zinc liquide est aussi inférieure à 3 sur 5.

5 La composition chimique R5 ne correspond pas à l'invention. La teneur en carbone est inférieure à 0,17% et la teneur en Ti est supérieure à 0,020%. On obtient, comme montré par les essais 21 et 22, que l'on n'atteint pas la cible d'allongement de 19%.

La composition chimique R6 ne correspond pas à l'invention car la teneur en 10 niobium est supérieure à 0,030%. Les exemples 23 et 24 montrent que l'on n'atteint pas la cible d'allongement de 19%.

Les tôles d'acières selon l'invention seront utilisées avec profit pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité dans les véhicules terrestres à moteur. Les exemples suivant sont donnés à titre non limitatif :

15 traverses, longerons, pied milieu.

**REVENDICATIONS**

1-Tôle d'acier laminée à froid revêtue de zinc ou d'alliage de zinc dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids,

5                     $0,17\% \leq C \leq 0,25\%$

$1,5\% \leq Mn \leq 2,0\%$

$0,5\% \leq Si \leq 1\%$

$0,5\% \leq Al \leq 1,2\%$

$B \leq 0,001\%$

10                   $P \leq 0,030\%$

$S \leq 0,01\%$

$Nb \leq 0,030\%$

$Ti \leq 0,020\%$

$V \leq 0,015\%$

15                   $Cu \leq 0,1\%$

$Cr \leq 0,150\%$

$Ni \leq 0,1\%$

$0 \% \leq Mo \leq 0,150\%,$

étant entendu que  $Si + Al \geq 1,30\%$ ,

20 le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure étant constituée, les teneurs étant exprimées en fraction surfacique, de 65 à 85 % de ferrite, de 15 à 35 % d'îlots de martensite et d'austénite résiduelle, ladite ferrite comprenant moins de 5% de ferrite non recristallisée, étant entendu que la teneur totale en austénite résiduelle est comprise entre 10 et 25% et que la teneur totale en martensite est inférieure ou égale à 10%.

25

2- Tôle d'acier selon la revendication 1, dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,

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

- 3- Tôle d'acier selon la revendication 1 ou la revendication 2, dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,  
 $1,6\% \leq Mn \leq 1,8\%$ .
- 4- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dont la  
5 composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,  
 $0,7\% \leq Si \leq 0,9\%$
- 5- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dont la  
composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,  
 $0,6\% \leq Al \leq 0,8\%$
- 10 6- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dont la  
composition comprend, la teneur étant exprimée en poids,  
 $0 \% < B \leq 0,0005\%$
- 7- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dont, plus  
de 90% en proportion surfacique desdits îlots de Martensite et d'austénite  
15 résiduelle ont une taille inférieure ou égale à deux micromètres.
- 8- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dont la taille  
moyenne desdits îlots de martensite et d'austénite résiduelle est inférieure à  
1,3 micromètre, le facteur de forme moyen desdits îlots étant inférieur à 3.
- 9- Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dont la  
20 résistance mécanique  $R_m$  est comprise entre 780 et 900 MPa inclus, et dont  
l'allongement à rupture  $A\%$  est supérieur ou égal à 19%.
- 10- Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid et revêtue de zinc ou  
d'alliage de zinc comprenant les étapes selon lesquelles :  
- On approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque  
25 des revendications 1 à 6, puis  
- On coule ledit acier sous forme de demi-produit, puis,  
- On réchauffe ledit demi-produit à une température comprise entre  
1150 et 1250°C, puis,

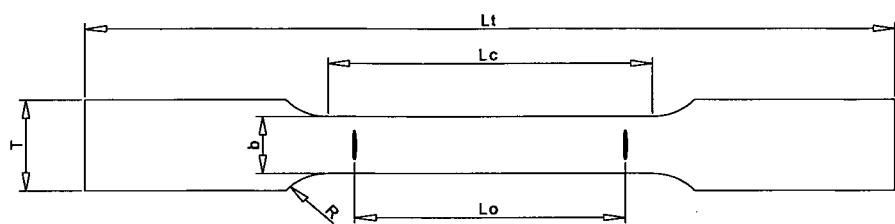
- On lamine à chaud ledit demi-produit réchauffé enachevant le laminage à une température supérieure ou égale à Ar3 pour obtenir une tôle, puis,
  - On bobine ladite tôle laminée à chaud à une température T<sub>bob</sub> comprise entre 500 et 600°C puis,
  - On refroidit ladite tôle laminée à chaud jusqu'à la température ambiante, puis,
  - Si nécessaire, on décape ladite tôle laminée à chaud, puis,
  - On lamine à froid ladite tôle, puis,
- 10 - On réchauffe ladite tôle laminée à froid à une vitesse V<sub>c</sub> comprise entre 1 et 30°C/s jusqu'à une température T<sub>r</sub> pendant une durée tr supérieure ou égale à 15 secondes, lesdites températures et durées étant choisies afin d'obtenir une fraction surfacique comprise entre 35 et 70% d'austénite, puis,
- On refroidit ladite tôle laminée à froid jusqu'à une température T<sub>eg</sub> comprise entre 475 et 440°C à une vitesse V<sub>ref</sub> suffisamment rapide pour permettre d'éviter la formation de perlite, puis
  - On maintient à la température d'égalisation T<sub>eg</sub> ladite tôle laminée à froid pendant une durée teg comprise entre 20 et 120 secondes, puis,
- 20 - On revêt par immersion au trempé à chaud en continu ladite tôle laminée à froid dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc, puis,
- On refroidit ladite tôle laminée à froid et revêtue jusqu'à la température ambiante.
- 11- Procédé de fabrication d'une tôle selon la revendication 10, pour lequel  
25 ladite température T<sub>r</sub> est comprise entre Ac1+50°C et Ac3-50°C.
- 12- Procédé de fabrication d'une tôle selon revendication 10, pour lequel  
ladite température T<sub>r</sub> est comprise entre Ac1+50°C et Ac1+170°C.
- 13- Utilisation d'une tôle d'acier laminée à froid et revêtue selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, ou obtenue par le procédé selon l'une

quelconque des revendications 10 à 12, pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité pour les véhicules terrestres à moteur.

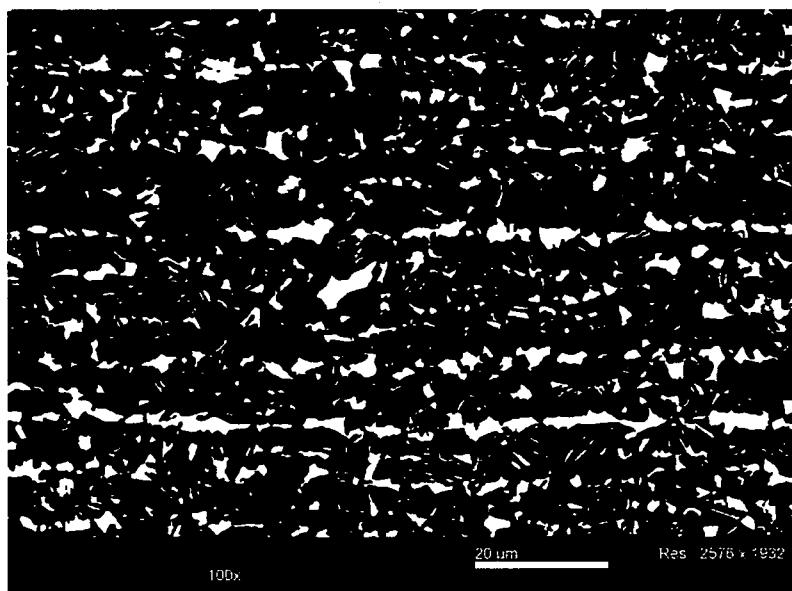
- 13- Procédé de fabrication d'une pièce par soudage d'au moins une tôle laminée à froid et revêtue selon l'une quelconque des revendications 1 à 9  
5 ou obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12 dans lequel on soude ladite tôle par soudage par résistance par point.

1 / 2

**Figure 1**

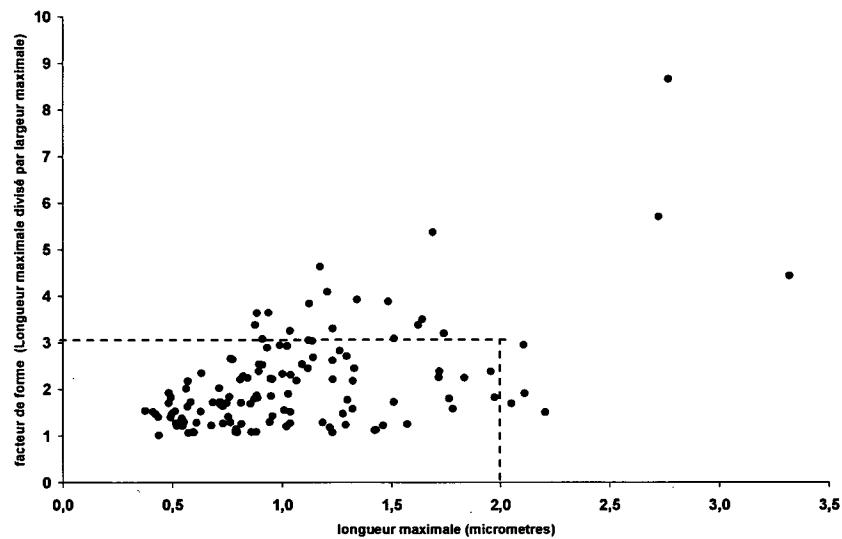


**Figure 2**



2 / 2

**Figure 3**



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/FR2011/000331

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER	
INV.	C21D1/20
	C21D8/02
	C22C38/06
	C22C38/12

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

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 practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 470 529 A (NOMURA SHIGEKI [JP] ET AL) 28 November 1995 (1995-11-28) column 11, line 33 - column 13, line 17; example 3; table 8 ----- X EP 1 865 085 A1 (KOBÉ STEEL LTD [JP]) 12 December 2007 (2007-12-12) paragraphs [0052] - [0064]; claims 1,2; tables 1-3 ----- -/-	1-14  1-14

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 document 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	Date of mailing of the international search report
23 January 2012	31/01/2012

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  
  
Catana, Cosmin

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2011/000331

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WASILKOWSKA A ET AL: "Microstructure and tensile behaviour of cold-rolled TRIP-aided steels", JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY, ELSEVIER, NL, vol. 157-158, 20 December 2004 (2004-12-20), pages 633-636, XP004681771, ISSN: 0924-0136, DOI: 10.1016/J.JMATPROTEC.2004.07.126 paragraphs [0002], [03.1]; figures 1-7 -----	1-14
A	EP 1 431 406 A1 (SIDMAR NV [BE]) 23 June 2004 (2004-06-23) claims 1-17; tables 1-8 -----	1-14
A	DE COOMAN B C: "Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite", CURRENT OPINION IN SOLID STATE AND MATERIALS SCIENCE, ELSEVIER SCIENCE LTD, OXFORD, GB, vol. 8, no. 3-4, 1 June 2004 (2004-06-01), pages 285-303, XP004742054, ISSN: 1359-0286, DOI: 10.1016/J.COSSMS.2004.10.002 -----	1-14
A	JP 2002 030403 A (SUMITOMO METAL IND) 31 January 2002 (2002-01-31) abstract; tables 1-3 -----	1-14

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR2011/000331

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)			Publication date
US 5470529	A	28-11-1995	NONE		
<hr/>					
EP 1865085	A1	12-12-2007	CN 101120114 A	06-02-2008	
			EP 1865085 A1	12-12-2007	
			KR 20070107179 A	06-11-2007	
			KR 20090122405 A	27-11-2009	
			US 2009053096 A1	26-02-2009	
			WO 2006109489 A1	19-10-2006	
<hr/>					
EP 1431406	A1	23-06-2004	AU 2003283135 A1	14-07-2004	
			BR 0316905 A	18-10-2005	
			CA 2507378 A1	08-07-2004	
			CN 1729307 A	01-02-2006	
			EP 1431406 A1	23-06-2004	
			EP 1579020 A1	28-09-2005	
			EP 2264207 A1	22-12-2010	
			JP 2006510802 A	30-03-2006	
			JP 2011231406 A	17-11-2011	
			KR 20050094408 A	27-09-2005	
			KR 20110127283 A	24-11-2011	
			MX PA05006801 A	17-02-2006	
			RU 2328545 C2	10-07-2008	
			US 2006140814 A1	29-06-2006	
			WO 2004057048 A1	08-07-2004	
<hr/>					
JP 2002030403	A	31-01-2002	NONE		
<hr/>					

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000331

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE	INV. C21D1/20	C21D8/02	C21D9/46	C22C38/02	C22C38/04
	C22C38/06	C22C38/12			

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

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

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 470 529 A (NOMURA SHIGEKI [JP] ET AL) 28 novembre 1995 (1995-11-28) colonne 11, ligne 33 - colonne 13, ligne 17; exemple 3; tableau 8 ----- X EP 1 865 085 A1 (KOBÉ STEEL LTD [JP]) 12 décembre 2007 (2007-12-12) alinéas [0052] - [0064]; revendications 1,2; tableaux 1-3 ----- -/-	1-14  1-14  -/-

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	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
23 janvier 2012	31/01/2012
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  Catana, Cosmin

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000331

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WASILKOWSKA A ET AL: "Microstructure and tensile behaviour of cold-rolled TRIP-aided steels", JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY, ELSEVIER, NL, vol. 157-158, 20 décembre 2004 (2004-12-20), pages 633-636, XP004681771, ISSN: 0924-0136, DOI: 10.1016/J.JMATPROTEC.2004.07.126 alinéas [0002], [03.1]; figures 1-7 -----	1-14
A	EP 1 431 406 A1 (SIDMAR NV [BE]) 23 juin 2004 (2004-06-23) revendications 1-17; tableaux 1-8 -----	1-14
A	DE COOMAN B C: "Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite", CURRENT OPINION IN SOLID STATE AND MATERIALS SCIENCE, ELSEVIER SCIENCE LTD, OXFORD, GB, vol. 8, no. 3-4, 1 juin 2004 (2004-06-01), pages 285-303, XP004742054, ISSN: 1359-0286, DOI: 10.1016/J.COSSMS.2004.10.002 -----	1-14
A	JP 2002 030403 A (SUMITOMO METAL IND) 31 janvier 2002 (2002-01-31) abrégé; tableaux 1-3 -----	1-14
1		

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000331

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)			Date de publication
US 5470529	A	28-11-1995	AUCUN		
EP 1865085	A1	12-12-2007	CN 101120114 A		06-02-2008
			EP 1865085 A1		12-12-2007
			KR 20070107179 A		06-11-2007
			KR 20090122405 A		27-11-2009
			US 2009053096 A1		26-02-2009
			WO 2006109489 A1		19-10-2006
EP 1431406	A1	23-06-2004	AU 2003283135 A1		14-07-2004
			BR 0316905 A		18-10-2005
			CA 2507378 A1		08-07-2004
			CN 1729307 A		01-02-2006
			EP 1431406 A1		23-06-2004
			EP 1579020 A1		28-09-2005
			EP 2264207 A1		22-12-2010
			JP 2006510802 A		30-03-2006
			JP 2011231406 A		17-11-2011
			KR 20050094408 A		27-09-2005
			KR 20110127283 A		24-11-2011
			MX PA05006801 A		17-02-2006
			RU 2328545 C2		10-07-2008
			US 2006140814 A1		29-06-2006
			WO 2004057048 A1		08-07-2004
JP 2002030403	A	31-01-2002	AUCUN		