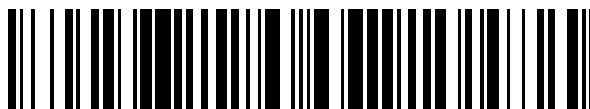


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 796 928**

51 Int. Cl.:

B32B 15/01	(2006.01) C22C 38/02	(2006.01)
C21D 1/70	(2006.01) C22C 38/04	(2006.01)
C21D 7/13	(2006.01) C22C 38/18	(2006.01)
C23C 10/28	(2006.01) C22C 38/32	(2006.01)
C21D 1/09	(2006.01) C21D 1/08	(2006.01)
C21D 1/40	(2006.01) C21D 1/68	(2006.01)
C21D 1/42	(2006.01)	
C21D 1/673	(2006.01)	
C22C 21/00	(2006.01)	
C22C 21/02	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.02.2010 PCT/EP2010/000586**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **05.08.2010 WO10086186**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.02.2010 E 10702612 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2020 EP 2391508**

54 Título: **Proceso de fabricación de piezas estampadas revestidas y piezas preparadas a partir del mismo**

30 Prioridad:

02.02.2009 WO PCT/EP2009/000670

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.11.2020

73 Titular/es:

**ARCELORMITTAL (33.3%)
24-26 Boulevard d'Avranches
1160 Luxembourg, LU;
SK SM (33.3%) y
SK SM (33.3%)**

72 Inventor/es:

**THIRION, ISABELLE;
VIETORIS, THOMAS;
GRIGORIEVA, RAISA;
DRILLET, PASCAL;
SCHALLER, LUDWIG;
BADER, KARL, MICHAEL;
PAAR, UWE y
ALSMANN, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 796 928 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso de fabricación de piezas estampadas revestidas y piezas preparadas a partir del mismo

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de piezas estampadas en caliente preparadas a partir de una lámina de acero revestida previamente con una aleación de aluminio-silicio, y a productos revestidos estampados en caliente obtenidos mediante este procedimiento.

10 La utilización de un proceso de estampación en caliente de láminas revestidas previamente para la fabricación de piezas se ha generalizado sobre todo en la industria del automóvil, ya que permite producir piezas con una resistencia mecánica elevada y una buena resistencia a los choques. El revestimiento previo metálico evita la oxidación y la descarburación del sustrato de acero durante el calentamiento en el horno antes de la estampación en caliente. Mediante la interdifusión entre el revestimiento previo y el sustrato de acero, se forma una aleación intermetálica con una temperatura de fusión elevada en el revestimiento. La temperatura de calentamiento se elige para austenizar el acero, obteniéndose así, también, un endurecimiento adicional del sustrato de acero mediante enfriamiento en las herramientas que se conforman.

20 El documento de Patente EP0971044 da a conocer un proceso de estampación en caliente con láminas de acero revestidas previamente con un revestimiento a base de aluminio o una aleación de aluminio: las piezas obtenidas después de la estampación en caliente ofrecen una alta resistencia a la corrosión, al desgaste y a la fatiga, y son adecuados para la posterior aplicación de pintura.

25 La Patente WO2008053273 da a conocer un proceso de estampación en caliente, en el que las etapas de calentamiento y austenización en el horno se eligen de manera que se obtenga una sucesión de cuatro capas distintivas en el revestimiento de la pieza estampada: la velocidad de calentamiento para un aumento de temperatura entre 20 °C y 700 °C está comprendida entre 4 °C/s y 12 °C/s. Esto permite obtener una capacidad de soldadura por puntos mejorada con esta configuración particular de capas.

30 Las piezas de acero iniciales revestido previamente se desplazan sobre rodillos en hornos durante el calentamiento antes de la etapa de estampación en caliente. Según la Patente WO2008053273, las condiciones de calentamiento de las piezas iniciales revestidas previamente con Al se eligen, también, para evitar la fusión en el revestimiento, lo que podría conducir al ensuciamiento de los rodillos en los hornos. Como consecuencia del ensuciamiento, la línea de producción, a veces, se debe detener temporalmente por mantenimiento, lo que reduce la productividad.

35 Además, la duración del calentamiento y el remojo de las piezas iniciales puede ser del orden de unos pocos minutos. Como consecuencia, la longitud de los hornos donde se desplazan las piezas iniciales puede ser bastante importante, lo cual es una preocupación desde un punto de vista industrial. De este modo, existe una importante necesidad de acortar la longitud de las líneas de calentamiento.

40 Se han realizado intentos para aumentar la productividad del proceso mediante el acortamiento de la duración de remojo a la temperatura de austenización: sin embargo, este enfoque tiene sus límites, ya que es necesario un tiempo suficiente para la interdifusión de los elementos del sustrato de acero, en particular, el hierro, con el revestimiento a base de aluminio. Además, la reducción del tiempo de calentamiento también es un problema, ya que se experimenta una fusión del revestimiento para velocidades de calentamiento muy rápidas, lo que conduce a una superficie lisa del revestimiento y una mala adhesión de la pintura sobre la pieza estampada.

50 De este modo, partiendo de láminas de acero revestidas previamente a base de Al, sigue habiendo la necesidad de un proceso de fabricación que permita preparar piezas o productos estampados con una resistencia mecánica elevada, y que ofrezca una capacidad superior para la posterior aplicación de pintura.

Sigue existiendo, también, la necesidad de un proceso que permita obtener piezas, cuyo revestimiento sea muy adherente al sustrato a las temperaturas de fabricación o de servicio, y que ofrezcan una resistencia superior a la exfoliación y la corrosión.

55 Sigue existiendo la necesidad de un proceso con una productividad mejorada, que permita evitar el ensuciamiento de los rodillos.

60 Un objetivo de la presente invención es resolver los problemas anteriormente mencionados y dar a conocer un nuevo proceso para producir piezas estampadas en caliente preparadas a partir de una lámina de acero revestida previamente con aluminio-silicio.

Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer un proceso para la fabricación de piezas estampadas en caliente que se pueden utilizar en un vehículo de motor.

65 Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer nuevos procedimientos de fabricación de piezas estampadas, cuyos revestimientos combinan una elevada adherencia al sustrato de acero, capacidad para la

aplicación de pintura y resistencia a la exfoliación.

Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer una pieza con un revestimiento novedoso después de la estampación en caliente, que combina una alta capacidad para la aplicación de pintura y resistencia a la exfoliación y la corrosión.

La Patente JP2007-314874 A da a conocer un proceso de fabricación de una pieza revestida estampada en caliente que incluye una etapa de calentamiento.

La Patente JP2004-244704 A da a conocer un proceso de fabricación de una pieza revestida estampada en caliente que incluye una etapa de calentamiento.

La Patente WO2007/064172 A1 da a conocer un procedimiento de fabricación para obtener una pieza revestida estampada en caliente con un revestimiento de Al-Si y una etapa de calentamiento.

La Patente JP 09 202953 A da a conocer otro procedimiento para estampar en caliente piezas revestidas de Al, que da a conocer, de manera general, el calentamiento y el remojo.

Según la presente invención, se propone un proceso de fabricación de una pieza revestida estampada en caliente, según la reivindicación 1.

Según una realización preferente, la velocidad de calentamiento V entre las temperaturas T_i y T_f está comprendida entre 50 °/s y 80 °C/s.

Según una realización preferente, el revestimiento previo comprende, en peso, el 5-11 % de Si, el 2-4 % de Fe, de manera opcional, entre 15 y 30 ppm de Ca, de manera opcional, entre 50 y 700 ppm de Sr, siendo el resto aluminio e impurezas inherentes al procesamiento, la temperatura T_i está comprendida entre 567 °C y 577 °C y la temperatura T_f está comprendida entre 855 °C y 950 °C.

En el marco de la presente invención, se pueden dar a conocer, después de la etapa de corte de la lámina de acero para obtener el acero revestido previamente en bruto, las siguientes etapas sucesivas en este orden:

- calentar la pieza de acero inicial en atmósfera no protectora a una velocidad de calentamiento V hasta una temperatura T_i a efectos de transformar completamente la microestructura del sustrato de acero en austenita y obtener, inmediatamente después del calentamiento y antes del posterior remojo, entre el 10 % y el 60 % de la fase líquida en la superficie del revestimiento previo, a continuación,

- transformar la fase líquida del revestimiento previo a la temperatura T_f durante un período de remojo t_r a efectos de obtener una pieza inicial calentada revestida con un revestimiento que tiene entre el 0 y el 30 % de la fase líquida en su superficie al final de dicho período de remojo, y que comprende, en peso, entre el 20 y el 50 % de Fe en su superficie, a continuación

- estampar en caliente la pieza inicial a efectos de obtener una pieza estampada en caliente, a continuación

- enfriar la pieza estampada a efectos de formar una microestructura en dicho sustrato de acero que comprende, como mínimo, un constituyente elegido entre martensita y bainita.

De manera preferente, el calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por inducción. Según un modo preferente, el calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por resistencia.

De manera preferente, el calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por infrarrojo. Según un modo preferente, el calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante quemadores de gas.

En un modo particular, el calentamiento se realiza mediante cualquier combinación de los procesos de calentamiento anteriores.

De manera preferente, el grosor total del revestimiento está comprendido entre 20 y 60 micrómetros.

El objetivo de la presente invención es también una pieza revestida estampada en caliente que comprende un sustrato de acero que tiene una microestructura que comprende, como mínimo, un constituyente elegido entre bainita y martensita, y un revestimiento en cada una de las dos caras de dicho sustrato, estando el revestimiento compuesto por las siguientes capas, que contienen Si en solución sólida, partiendo de la capa contigua a dicho sustrato de acero:

- una capa de Fe_3Al ,

- una capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , encima de la capa de Fe_3Al ,

- una capa externa compuesta por más del 70 % de FeAl_3 o Fe_2Al_5 , conteniendo dicha capa de FeAl_3 o Fe_2Al_5 una

fase menor discontinua de FeAl o τ_1 o τ_2 , encima de dicha capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , teniendo dicha capa externa más del 70 % de cristales en su superficie.

La capa de FeAl o τ_1 o τ_2 encima de dicha capa de Fe_3Al , tiene menos del 13 % de Si en solución sólida, y FeAl_3 o Fe_2Al_5 en dicha capa externa tiene menos del 6 % de Si en solución sólida, y dicha fase menor discontinua de FeAl o τ_1 o τ_2 , tiene menos del 13 % de Si en solución sólida.

De manera preferente, la suma de los grosores de dicha capa de Fe_3Al y dicha capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , es inferior a un tercio del grosor total de dicho revestimiento.

En un modo preferente, el grosor del revestimiento en cada una de dichas caras está comprendido entre 20 y 60 micrómetros.

Otras ventajas y características aparecerán en la descripción y realizaciones de ejemplo siguientes, en referencia a las figuras que se acompañan:

La figura 1 muestra una vista en sección transversal de una estructura del revestimiento de una pieza estampada en caliente, según la presente invención.

La figura 2 muestra una vista en sección transversal de una estructura en capas del revestimiento de una pieza estampada en caliente obtenida mediante un proceso que no corresponde a la presente invención.

La figura 3 muestra una vista superior de una superficie de un revestimiento fabricado, según la presente invención. Las figuras 4 y 5 ilustran vistas superiores de superficies de revestimientos fabricados en condiciones que no corresponden a la presente invención.

La figura 6 muestra la naturaleza del revestimiento y la proporción superficial líquida al final del período de remojo en función de la velocidad de calentamiento.

La presente invención se implementa con tiras de acero revestidas previamente que comprenden una tira, o sustrato, de acero de base y un revestimiento previo de una aleación de aluminio-silicio en ambas caras de la tira de acero de base.

El término "revestimiento previo" se refiere a la capa de aleación de aluminio-silicio depositada sobre el sustrato que no ha sido calentado, justo antes de la etapa de estampación en caliente. Tal como se explicará a continuación, el ciclo de calentamiento de la lámina revestida previamente con Al-Si antes del conformado en caliente y el posterior remojo a alta temperatura provocan un cambio en la naturaleza y la morfología del revestimiento previo, resultante de las transformaciones de fase y la interdifusión con el sustrato de acero. Estas transformaciones y mecanismos de interdifusión dan lugar a la formación de un revestimiento óptimo en la superficie de las piezas estampadas en caliente.

Los revestimientos previos con una aleación de aluminio y silicio se pueden obtener mediante aluminización por inmersión continua en caliente a través de la inmersión de la lámina de acero en un baño líquido de aluminio tipo I o Al-Si, que contiene, en peso, el 5-11 % de Si, el 2-4 % de Fe, posiblemente, entre 15 y 30 ppm de Ca y, posiblemente, entre 50 y 700 ppm de estroncio, siendo el resto aluminio e impurezas inherentes al procesamiento. El silicio evita la formación de una gruesa capa intermetálica de hierro y metal que reduce la adherencia y la capacidad de conformación. Los revestimientos previos habituales comprenden, partiendo del sustrato de acero, una capa interfase muy delgada (habitualmente de menos de 1 micrómetro) con FeAl_3 y Fe_2Al_5 , encima de una capa de fase τ_5 (fase hexagonal del tipo $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$ con concentraciones en masa del 29-36 % de Fe, 6-12 % de Si), habitualmente de 2 a 7 micrómetros, y encima de una matriz de Al-Si, que incluye islas de Al-Fe-Si eutéctico (dendritas Al, Si y τ_6 (fase monoclinica del tipo $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$ con el 26-29 % de Fe y el 13-16 % de Si en masa)).

Sin embargo, la presente invención no se limita a estas composiciones.

El grosor del revestimiento previo de Al-Si está comprendido entre 15 y 50 micrómetros en cada cara. Este intervalo se elige para obtener una aleación óptima del revestimiento previo con el sustrato de acero, según la cinética de calentamiento particular de la presente invención que se presentará a continuación.

El revestimiento previo, según la presente invención, contiene más del 50 % de aluminio libre, en relación con el total de aluminio en el revestimiento previo. Si no se cumple dicha condición, se une una gran cantidad de aluminio como componente con un alto punto de fusión en el revestimiento previo, y no existe posibilidad de obtener una fusión suficiente en las condiciones de calentamiento de la presente invención. En otras palabras, después de la aluminización mediante inmersión en caliente, debe estar presente una proporción suficiente de Al principalmente no aleado, es decir, Al no unido con Fe o Si. Un tratamiento térmico intermedio de la aleación después de la aluminización mediante inmersión en caliente y antes del calentamiento y la estampación en caliente evita la posibilidad de implementar la presente invención, ya que este tratamiento provocaría la formación de fases intermetálicas con un punto de fusión elevado. De este modo, un calentamiento adicional antes de la estampación en caliente no causaría una cantidad suficiente de fusión en el revestimiento para implementar la presente invención.

Además, un tratamiento intermedio adicional podría causar la formación de martensita en el sustrato. Como se debe realizar el corte o la perforación las láminas iniciales, se debe evitar la martensita en el sustrato de acero para minimizar el desgaste de las herramientas de corte. Además, cuando las interfases de martensita-ferrita están presentes en la microestructura del sustrato, se puede inducir un daño alrededor de los bordes de corte debido a las diferentes propiedades intrínsecas de estos constituyentes.

La composición del sustrato de acero no es crítica, siempre que muestre una buena humectabilidad cuando la lámina se sumerge en caliente en el baño de aluminio o de aleación de aluminio. Sin embargo, para ciertas aplicaciones que requieren una resistencia mecánica elevada, tal como piezas estructurales en automóviles, es preferente que el sustrato de acero tenga una composición que permita que la pieza estampada en caliente obtenga una resistencia elevada, por ejemplo, que varíe de 500 a 1.600 MPa, dependiendo de los requisitos y las condiciones de utilización. Cuando se buscan niveles más elevados de resistencia, es preferente una composición de acero que comprenda, en peso: 0,15 % < C < 0,5 %, 0,5 % < Mn < 3 %, 0,1 % < silicio < 0,5%, 0,01 % < Cr < 1 %, Ni < 0,1 %, Cu < 0,1 %, Ti < 0,2 %, Al < 0,1 %, P < 0,1 %, S < 0,05 %, 0,0005 % < B < 0,08 %, y que contenga, además, hierro e impurezas inherentes al procesamiento. Un ejemplo de un acero preferente disponible en el mercado para utilizar en la tira de acero de base es 22MnB5.

Cuando se desea un nivel de resistencia en el rango de 500 MPa en la pieza estampada en caliente, es preferente una composición de acero que comprenda 0,040 % ≤ C ≤ 0,100 %, 0,80 % ≤ Mn ≤ 2,00 %, Si ≤ 0,30 %, S ≤ 0,005 %, P ≤ 0,030 %, 0,010 % ≤ Al ≤ 0,070 %, 0,015 % ≤ Nb ≤ 0,100 %, 0,030 % ≤ Ti ≤ 0,080 %, N ≤ 0,009 %, Cu ≤ 0,100 %, Ni ≤ 0,100 %, Cr ≤ 0,100 %, Mo ≤ 0,100%, Ca ≤ 0,006%, y que contenga, además, hierro e impurezas inherentes al procesamiento.

La tira de acero se puede fabricar a partir de una laminadora en caliente y, de manera opcional, se puede laminar de nuevo en frío dependiendo del grosor final deseado. Los grosores pueden variar, por ejemplo, en el intervalo de 0,7 a 3 mm.

A continuación, las tiras revestidas previamente se cortan en piezas revestidas previamente iniciales en vista de la posterior etapa de estampación en caliente.

Los inventores de la presente invención han descubierto que condiciones particulares de calentamiento y remojo dan lugar a una microestructura de revestimiento y propiedades particulares. Estas condiciones son las siguientes:

- Como primera etapa, las piezas iniciales se deben calentar bajo una atmósfera no protectora hasta una temperatura intermedia T_i comprendida entre $T_e - 10^\circ\text{C}$ y T_e . T_e designa la temperatura de sólido del revestimiento previo o, si este revestimiento solidifica con un modo eutéctico, la temperatura eutéctica. La temperatura T_e se puede obtener a partir de los diagramas de Fe-Al-Si publicados por V.G. Rivlin, G.V. Raynor: "Phase equilibria in iron ternary alloys", Institute of Metals of Metals, 1988.

De manera alternativa, T_e se puede derivar experimentalmente mediante el calentamiento de la aleación del revestimiento previo y la determinación de la aparición de la formación de líquido. Según la presente invención, el calentamiento se realiza hasta una temperatura ligeramente inferior a la temperatura de fusión del revestimiento previo. Por ejemplo, en el caso de un revestimiento previo de Al-Si que comprende el 5-11 % de Si y el 2-4 % de hierro, la temperatura eutéctica T_e del revestimiento previo es de alrededor de 577 °C y corresponde al equilibrio entre el líquido y (Al, Si y fase τ_6 ($\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$)). Esta primera etapa de calentamiento no es demasiado crítica, ya que tiene lugar en un intervalo a baja temperatura, en el que la cinética de aleación es lenta, y se pueden utilizar un intervalo amplio de velocidades de calentamiento y procesos de calentamiento en esta primera etapa. Esta primera etapa de calentamiento se puede realizar con el mismo medio de calentamiento que el siguiente o utilizando medios o dispositivos de calentamiento separados.

- La segunda etapa, que sigue inmediatamente a la primera, es especialmente importante para controlar la naturaleza de la secuencia de transformaciones en el revestimiento previo. En particular, la velocidad de calentamiento V entre T_i y una temperatura de austenización T_f debe ser, en particular, controlada.

- En primer lugar, la temperatura T_f debe ser mayor que 840 °C para permitir la transformación completa de la austenita del sustrato de acero. Esta temperatura de 840 °C permite, también, que tenga lugar la transformación peritéctica y provoca la desaparición de la fase τ_5 en el revestimiento previo. En el caso de un revestimiento previo de Al-Si (5-11 % de Si, 2-4 % de Fe), la temperatura T_f debe ser mayor que 855 °C.

Sin embargo, la temperatura T_f se debe limitar por debajo de 950 °C a efectos de evitar la formación de óxido de aluminio en exceso en la superficie del revestimiento previo y/o la fusión inaceptable del revestimiento previo. De este modo, la T_f debe estar comprendida entre 840 °C y 950 °C o 855 °C y 950 °C para un revestimiento previo de Al-Si.

- A continuación, la velocidad de calentamiento V debe ser mayor o igual a 30 °C/s: si la velocidad de calentamiento es demasiado baja, se forma una proporción demasiado elevada de líquido en la superficie del revestimiento previo

al final de la etapa de calentamiento y antes del posterior remojo. De este modo, las gotas de revestimiento previo son susceptibles de fluir y ensuciar los rodillos en el horno con esta proporción elevada de revestimiento previo fundido. Además, una velocidad de calentamiento baja favorece la formación de un revestimiento final compuesto por 4 o 5 capas. Esta disposición de capas es menos favorable que el revestimiento de la presente invención desde el punto de vista de la resistencia a la deformación, ya que el aumento de las interfases entre las diferentes fases y el aumento en los gradientes de dureza disminuyen la resistencia a la exfoliación. El revestimiento de la presente invención no tiene más de 3 capas. Aunque no está sujeto a una teoría particular, se cree que la reducción en el número de capas con diferentes propiedades intrínsecas disminuye la formación de tensiones residuales y, de este modo, la resistencia a la deformación.

Si la velocidad de calentamiento V es mayor que $90\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, la superficie del revestimiento previo se funde en gran medida cuando se alcanza la temperatura T_f . La composición se enriquece localmente en Si y la transformación posterior se produce en forma de un eutéctico ternario (Al-Si-Fe) con un punto de fusión bajo, de manera que la superficie del revestimiento previo permanece principalmente líquida durante el remojo a la temperatura T_f . De este modo, la superficie del revestimiento formado al final de este remojo, resultante de la transformación del revestimiento previo, es principalmente lisa y tiene poca aptitud para la posterior aplicación de pintura.

Cuando la velocidad de calentamiento V está comprendida entre $30\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ y $90\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, el revestimiento previo se funde en un grado adecuado en su superficie y la cinética de transformación se acelera en un grado tan elevado que permite la transformación de la fase líquida en fase intermetálica a base de Fe y Al. Esta cinética de transformación elevada dificulta, también, la formación de una estructura de 4 o 5 capas en el revestimiento. Se produce un revestimiento más compacto con capas menos estratificadas. Esto comporta una ventaja porque se producen menos interfases, lo que induciría, a su vez, una mayor resistencia mecánica debido a una mayor homogeneidad. En particular, el revestimiento así obtenido está compuesto principalmente de FeAl_3 o Fe_2Al_5 . Cuando la velocidad de calentamiento está comprendida entre $50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ y $80\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, se desarrolla más especialmente este carácter de compactación y una capa de FeAl_3 o Fe_2Al_5 está presente para la mayor parte.

La figura 6 indica que el intervalo específico de velocidad de calentamiento de la presente invención permite obtener, de manera simultánea, una proporción de líquido en la superficie inferior al 30 % al final del remojo y un revestimiento que no tiene más de tres capas.

El remojo se realiza a temperatura T_f durante un período de tiempo t_f comprendido entre 20 y 90 s. Este período de remojo permite la transformación de una fracción o la totalidad de la fase líquida en la superficie del revestimiento previo, en un revestimiento que tiene una mayoría de fases intermetálicas de FeAl_3 o Fe_2Al_5 en su superficie. Este período de remojo permite, también, la transformación completa del sustrato de acero en austenita y la homogeneización del grano de austenita. Esto, a su vez, permite obtener homogeneidad mecánica en la pieza final. Este período de remojo es más corto que para los tratamientos habituales, lo que, a su vez, aumenta la productividad.

Después del periodo de remojo, la pieza inicial calentada se transfiere desde el horno a un dispositivo de estampación en caliente. De este modo, la estampación en caliente se realiza para obtener una pieza estampada. El enfriamiento se puede realizar en la propia herramienta de estampación en caliente o, de manera parcial, después de la estampación en caliente y la transferencia de la pieza a un dispositivo de enfriamiento especial. La pieza se enfría con una velocidad de enfriamiento elegida, según la composición del acero, para obtener martensita o bainita, o una combinación de estos componentes, lo que posibilita obtener piezas con una resistencia mecánica elevada.

Según una forma de la presente invención, la velocidad de calentamiento entre T_i y T_f se elige de manera que se obtiene entre el 10 % y el 60 % de fase líquida en la superficie del revestimiento previo a la temperatura T_f , antes del comienzo del remojo: si la proporción superficial de la fase líquida es superior al 60 %, resulta importante el riesgo de ensuciamiento de los rodillos en los hornos. Se desea una proporción mínima del 10 % para adaptarse al grosor más bajo (15 micrómetros) del revestimiento previo en la presente invención. Aunque no está sujeto a una teoría particular, se cree que, en estas condiciones particulares, el revestimiento previo no se funde completamente en su grosor y, debido a la tensión superficial del revestimiento previo, las gotas de aluminio líquido son menos susceptibles de fluir sobre los rodillos, o susceptibles de fluir sobre un número limitado de rodillos debido a una proporción mucho menor de líquido para transformar.

A continuación, se elige el tiempo de remojo a T_f de manera que esta fase líquida se transforma de manera isotérmica para obtener una pieza inicial calentada con un revestimiento que tiene entre el 0 y el 30 % de la fase líquida en su superficie al final de dicho periodo de remojo, y que comprende, en peso, entre el 20 y el 50 % de Fe en su superficie. La proporción de líquido en la superficie está limitada al 30 % de manera que se obtiene una superficie rugosa en la pieza final. Un contenido de hierro inferior al 20 % en la superficie del revestimiento indica un número insuficiente de cristales intermetálicos en la superficie del revestimiento. Cuando el contenido de Fe es superior al 50 %, la resistencia a la corrosión de la pieza estampada tiende a reducirse.

El revestimiento obtenido en la pieza estampada en caliente, según las condiciones de la presente invención, está compuesta por las siguientes capas (partiendo del sustrato de acero):

- una capa delgada de Fe_3Al
- encima de esta capa de Fe_3Al , una capa muy delgada de FeAl o τ_1 (tipo $\text{Al}_3\text{Fe}_3\text{Si}_2$) o τ_2 (tipo Al_2FeSi), pudiendo coexistir estas fases en esta capa. Estas fases contienen Si en solución sólida, con menos del 13 % de Si en peso en solución sólida.
- una capa externa compuesta por más del 70 % de FeAl_3 o Fe_2Al_5 , pudiendo coexistir estas fases. Estas fases intermetálicas contienen Si en solución sólida, en menos del 6 % de Si en peso. Esta capa de FeAl_3 o Fe_2Al_5 , que constituye la mayor parte del revestimiento, contiene una fase menor en forma de islas discontinuas de FeAl o τ_1 o τ_2 . Esta fase menor contiene menos del 13 % de Si en solución sólida.

En particular, se observan buenas propiedades de adhesión cuando esta capa externa es el mayor constituyente principal del revestimiento, es decir, cuando la suma de los grosores de la capa de Fe_3Al y la capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , es menor que un tercio del grosor total del revestimiento. El grosor total del revestimiento en la parte estampada varía de 20 a 60 micrómetros. Los inventores de la presente invención descubrieron que dicha disposición de capas, en la que la capa externa está compuesta en su mayor parte por las fases más duras del revestimiento (FeAl_3 o Fe_2Al_5), es particularmente favorable, ya que esta disposición reduce el coeficiente de fricción en la estampación en caliente.

Además, se obtiene una excelente adherencia de la pintura cuando el revestimiento muestra en su superficie más del 70 % de cristales intermetálicos, expresándose este porcentaje en proporción superficial.

Ejemplos:

Se suministraron láminas de acero laminadas en frío con un grosor de 1 y 2 mm, con una composición del acero que comprende, en peso, 0,22 % de C, 1,2 % de Mn, 0,2 % de Si, 0,2 % de Cr, 0,040 % de Al, 0,003 % de B, 0,030 % de Ti, 0,0002 % de S, 0,020 % de P, siendo el resto hierro e impurezas inherentes al procesamiento. La microestructura está compuesta por ferrita-perlita. En esta etapa, la ausencia de martensita permite cortar, perforar o penetrar fácilmente las láminas.

Estas láminas de acero han sido revestidas previamente mediante inmersión continua de la lámina en un baño líquido de Al-Si. De este modo, se obtiene un revestimiento previo de 27 micrómetros de grosor, que comprende, en peso, 9 % de Si, 3 % de Fe, siendo el resto aluminio e impurezas inherentes al procesamiento. Este revestimiento previo está compuesto por:

- Una capa delgada (menos de 1 micrómetro) de FeAl_3 y Fe_2Al_5 , directamente en contacto con el sustrato de acero.
- Encima de esta capa, una capa de τ_5 intermetálica con estructura hexagonal, de 5 micrómetros de grosor.
- Encima de esta capa, una capa sin alear, de 21 micrómetros de grosor, con una matriz de Al-Si con la composición anterior. Su estructura está compuesta por dendritas de Al, que incluyen Si y Fe en solución sólida e islas de eutéctico de Al-Si. Esta capa sin alear ocupa, aproximadamente, el 80 % del grosor del revestimiento previo.

De este modo, el Al está mayoritariamente libre en este revestimiento previo, lo que indica la posibilidad de una fusión posterior suficiente en el tratamiento térmico. La temperatura de fusión eutéctica T_e de este revestimiento previo es de 577 °C.

En una condición de prueba denominada "B" en la tabla 1, a continuación, el grosor del revestimiento previo fue de 15 micrómetros.

Las láminas se cortaron en piezas iniciales que se calentaron, se estamparon en caliente y se enfriaron rápidamente para obtener piezas con un sustrato de acero totalmente compuesto por martensita.

El calentamiento se realizó en una atmósfera no protectora (habitual) utilizando diferentes técnicas:

- Calentamiento mediante radiación en un horno con resistencias
- Calentamiento en un horno con quemadores de gas
- Calentamiento dentro de un horno de infrarrojos
- Calentamiento por inducción
- Calentamiento por resistencia, en el que las láminas se mantuvieron dentro de mandíbulas conductoras y se calentaron por efecto Joule.

El calentamiento se realizó hasta una temperatura T_i de 575 °C (es decir, $T_e - 2$ °C), a continuación, hasta una temperatura T_f , en la que finalmente se realizó el remojo. Se controló la velocidad de calentamiento V desde la temperatura T_i hasta la temperatura T_f .

La tabla 1 presenta los diferentes parámetros de las pruebas y los resultados obtenidos.

El porcentaje de fase líquida en la superficie del revestimiento previo después del calentamiento a T_f , y antes de la

etapa de remojo, se determinó mediante exámenes con un microscopio electrónico de barrido (SEM) a 500 aumentos, de las superficies de las muestras después de enfriamiento rápido interrumpido a la temperatura T_f antes de la etapa de remojo: las áreas con fase líquida que existían a temperatura T_f se caracterizan por una superficie lisa y se pueden distinguir de las fases cristalizadas que tienen una apariencia rugosa (cristales individuales emergentes).

La proporción de la fase líquida después del remojo se determinó en la pieza estampada en caliente y enfriada con observaciones con SEM similares de las superficies de revestimiento, y cuantificación: los revestimientos pueden presentar una fracción superficial variable de líquido al final de la etapa de remojo, la fracción restante está constituida por fases intermetálicas cristalizadas. Un alto porcentaje de cristales que emergen en la superficie indica una buena adhesión de tratamientos adicionales con pintura (cataforesis). Se caracteriza, también, por el criterio de superficie lisa o irregular (baja o alta aptitud para aplicación de pintura).

El contenido de hierro se midió en la superficie del revestimiento de la pieza estampada en caliente y enfriada, utilizando la técnica de difracción de rayos X con un ángulo de incidencia bajo. El contenido de hierro de la fase líquida en la superficie del revestimiento al final de la etapa de remojo es idéntico al contenido de hierro del revestimiento, después de las etapas posteriores de estampación en caliente y enfriamiento.

Tabla 1 Condiciones de prueba y resultados obtenidos. Los valores subrayados indican condiciones fuera de la presente invención. n.d.: no determinado.

Nº de prueba	Naturaleza [1]	Procedimiento de calentamiento [2]	Velocidad de calentamiento V (°C/s)	T_f (°C)	t_r (s)	Fase líquida en la superficie antes del remojo (%) [3]	Fase líquida en la superficie después del remojo [4]	Contenido de hierro en la fase líquida [5]	Superficie lisa (S) o irregular (U)	3 Capas con $FeAl_3$ o Fe_2Al_5 en la superficie [6]
A	R	RF	3	900	<u>180</u>	<u>100</u>	5	45	U	<u>No</u>
B	R	FB	<u>15</u>	900	0	<u>5</u>	5	43	U	<u>No</u>
C	I	IR	41	900	60	35	5	45	U	Sí
D	I	R	50	900	60	50	30	25	U	Sí
E	I	R	50	900	60	30	5	45	U	Sí
F	R	FB	55	<u>1.200</u>	<u>0</u>	<u>70</u>	<u>70</u>	<u>71</u>	<u>S</u>	Sí
G	I	IN	58	900	60	40	30	50	U	Sí
H	I	R	70	900	60	30	0	45	U	Sí
I	I	IN	75	900	60	40	30	50	U	Sí
J	R	IN	<u>100</u>	900	60	50	<u>50</u>	<u>> 50</u>	S	Sí
K	R	IN	<u>100</u>	<u>1.000</u>	60	n.d.	<u>70</u>	<u>71</u>	S	n.d.
L	R	R	<u>100</u>	900	60	100	<u>90</u>	<u>> 50</u>	S	Sí
M	R	IN	<u>115</u>	<u>975</u>	60	n.d.	<u>90</u>	<u>> 50</u>	S	n.d.
N	R	IN	<u>180</u>	900	60	<u>100</u>	<u>100</u>	<u>> 50</u>	S	Sí
O	I	IR	30	900	90	30	0	43	U	Sí
P	I	IR	90	900	20	50	30	30	U	Sí
Q	I	FB	90	900	90	60	10	44	U	Sí
R	I	IR	30	900	20	30	15	37	U	Sí

[1] Naturaleza: I = correspondiente a la presente invención R = Referencia.

[2] Procedimiento de calentamiento para calentar desde T_i (575 °C) hasta T_f . FB = Horno con quemadores que calientan. IR = Calefacción por infrarrojos. IN = Calentamiento por inducción. R = Calentamiento por resistencia (efecto Joule). RF: Horno calentado por resistencia.

[3] Proporción de fase líquida en la superficie del revestimiento previo después de calentar a T_f y antes de la etapa de remojo.

[4] Proporción de fase líquida en la superficie del revestimiento después de remojar a T_f .

[5] Contenido de hierro (% en peso) en la superficie del revestimiento.

[6] Caracteriza un revestimiento que tiene una estructura de tres capas con cristales de $FeAl_3$ o Fe_2Al_5 en su superficie.

Las pruebas C a E, G a I, y O a R corresponden a las condiciones de la presente invención. La figura 1 ilustra un ejemplo de revestimiento, según la condición de prueba H, correspondiente a la presente invención: partiendo del sustrato de acero (indicado por 1 en la figura 1), el revestimiento está compuesto por una capa de Fe_3Al de 5 micrómetros (indicada como 2), una capa de $FeAl$ muy delgada (menos de 1 micrómetro) (indicada por 3) con 7 % en peso de Si en solución sólida, y una capa externa de 25 micrómetros (indicada por 4) que constituye más del 80 % del grosor total del revestimiento. Esta capa externa está compuesta por el 80 % de $FeAl_3$ y el 20 % de $FeAl$. Estos porcentajes se refieren a la proporción superficial que se puede medir a partir del análisis de imágenes en una microestructura de sección transversal del revestimiento. El $FeAl_3$ intermetálico contiene el 3 % en peso de Si en solución sólida. El $FeAl$ (indicado por 5), en forma de islas discontinuas, contiene el 9 % de Si en solución sólida.

Se observan, también, microestructuras similares en las otras pruebas correspondientes a las condiciones de la presente invención.

Las observaciones mediante SEM (figura 3) indican una superficie completamente cubierta por cristales, principalmente FeAl_3 .

Para una velocidad de calentamiento de 3 °C/s (prueba A) o 15 °C/s (prueba B), la estructura de revestimiento está compuesta por 5 capas, tal como se ilustra en la figura 2: partiendo del sustrato (indicado por 6), el revestimiento está compuesto por capa de Fe_3Al (indicadas por 7), capas de FeAl (8), FeAl_3 (9), FeAl (10) y FeAl_3 (11). Incluso si esta disposición de capas ofrece una buena capacidad de soldadura, su capacidad de compactación es inferior a la de la presente invención. También se debe mencionar que el componente principal de la capa externa (es decir, FeAl_3) es similar en la figura 1 y la figura 2, lo que indica, también, la estabilidad del rango de soldadura en las condiciones de la presente invención. Sin embargo, las condiciones de la presente invención permiten obtener una capa compacta, en especial, marcada para las condiciones de prueba D, E, G, H, I.

En las condiciones de la presente invención, más del 70 % de los cristales están presentes en la superficie del revestimiento, junto con un contenido de hierro comprendido entre el 20 y el 50 % en la superficie de la capa externa. Esto indica una buena aptitud para la posterior aplicación de pintura.

La prueba B se ha realizado con una velocidad de calentamiento y tiempo de remojo t_f demasiado bajos sobre un revestimiento previo de grosor insuficiente. Como consecuencia, la proporción de fase líquida al final de la etapa de calentamiento es insuficiente y la naturaleza del revestimiento final no corresponde a la presente invención.

La prueba F se ha realizado con una temperatura T_f demasiado elevada y un tiempo de remojo demasiado corto: de este modo, el porcentaje de líquido antes y después del remojo es excesivo. Además, se ha formado óxido de aluminio debido a la temperatura demasiado elevada. Su presencia en la superficie del revestimiento disminuye la capacidad de soldadura.

Las pruebas J a N se han calentado a velocidades de calentamiento demasiado elevadas, de 100 °C/s a 180 °C/s. La figura 5 ilustra la superficie obtenida en la prueba N, en la que el revestimiento está completamente cubierto por líquido después de remojarse a T_f . Este revestimiento muestra una adherencia muy baja para la cataforesis posterior.

La figura 4 ilustra la superficie obtenida en la prueba L: incluso si los cristales están más presentes que en este caso, la adherencia para la pintura sigue siendo insuficiente.

De este modo, las condiciones particulares de la presente invención conducen a una combinación favorable de la disposición de capas y una baja proporción superficial de líquido al final del período de remojo, tal como se indica en la figura 6. Esto, a su vez, conduce a una buena resistencia a la corrosión y el desgaste, una resistencia mecánica elevada y capacidad de soldadura. Además, la productividad del proceso de fabricación aumenta significativamente, ya que se reducen tanto las fases de calentamiento como los tiempos de remojo, lo que permite diseñar líneas de estampación en caliente más compactas. Aprovechando sus características, las piezas estampadas en caliente fabricadas, según la presente invención, se utilizarán con provecho en la industria del automóvil.

REIVINDICACIONES

1. Proceso de fabricación de una pieza revestida estampada en caliente que comprende las siguientes etapas sucesivas, en este orden:

- disponer una lámina de acero laminada en caliente o laminada en frío que comprende un sustrato de acero y un revestimiento previo de una aleación de aluminio-silicio, conteniendo dicho revestimiento previo más del 50 % de aluminio libre, en relación con el aluminio total en el revestimiento previo, y con un grosor seleccionado para permitir la aleación con dicho sustrato de acero, a continuación
- cortar dicha lámina de acero para obtener una pieza de acero inicial revestida previamente, a continuación
- calentar dicha pieza inicial en una atmósfera no protectora hasta una temperatura T_i cerca de la temperatura de fusión de dicho revestimiento previo, estando dicha temperatura T_i comprendida entre $T_e - 10^\circ\text{C}$ y T_e , en la que T_e es la temperatura eutéctica o del sólido de dicho revestimiento previo, a continuación,
- calentar dicha pieza inicial desde dicha temperatura T_i hasta una temperatura de austenización T_f de dicho sustrato de acero, estando dicha temperatura T_f comprendida entre 840°C y 950°C en una atmósfera no protectora a una velocidad de calentamiento V comprendida entre 30°C/s y 90°C/s , siendo V la velocidad de calentamiento entre dicha temperatura T_i y dicha temperatura T_f para obtener una pieza inicial calentada revestida, a continuación
- remojar dicha pieza inicial calentada revestida a dicha temperatura T_f durante un tiempo t_f comprendido entre 20 segundos y 90 segundos, a continuación
- estampar en caliente dicha pieza inicial para obtener una pieza revestida estampada en caliente, a continuación
- enfriar dicha pieza estampada a una velocidad de enfriamiento para formar una microestructura en dicho sustrato de acero que comprende, como mínimo, un constituyente elegido entre martensita y bainita.

2. Proceso de fabricación, según la reivindicación 1, en el que dicha velocidad de calentamiento V entre dichas temperaturas T_i y T_f está comprendida entre 50°C/s y 80°C/s .

3. Proceso de fabricación, según la reivindicación 1 o 2, en el que dicho revestimiento previo comprende, en peso, el 5-11 % de Si, el 2-4 % de Fe, de manera opcional, entre 15 y 30 ppm de Ca, entre 50 y 700 ppm de Sr, siendo el resto aluminio e impurezas inherentes al procesamiento, dicha temperatura T_i está comprendida entre 567°C y 577°C , y dicha temperatura T_f está comprendida entre 855°C y 950°C .

4. Proceso de fabricación, según la reivindicación 1 o 2, en el que dicho grosor del revestimiento previo está comprendido entre 15 y 50 micrómetros.

5. Proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por inducción.

6. Proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por resistencia.

7. Proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante calentamiento por infrarrojos.

8. proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho calentamiento se realiza, como mínimo, de manera parcial, mediante quemadores de gas.

9. Proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho calentamiento se realiza mediante cualquier combinación de los procesos de calentamiento, según las reivindicaciones 5 a 8.

10. Proceso de fabricación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el grosor total de dicho revestimiento está comprendido entre 20 y 60 micrómetros.

11. Pieza revestida estampada en caliente que comprende un sustrato de acero que tiene una microestructura que comprende, como mínimo, un constituyente elegido entre bainita y martensita, y un revestimiento en cada una de las dos caras de dicho sustrato, estando dicho revestimiento compuesto por las siguientes capas que contienen Si en solución sólida, partiendo desde la capa contigua a dicho sustrato de acero:

- una capa de Fe_3Al ,
- una capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , encima de la capa de Fe_3Al ,
- una capa externa compuesta por más del 70 % en proporción superficial de FeAl_3 o Fe_2Al_5 , conteniendo dicha capa de FeAl_3 o Fe_2Al_5 una fase menor discontinua de FeAl o τ_1 o τ_2 , teniendo dicha capa externa más del 70 % en proporción superficial de cristales en su superficie,

en la que dicha capa de FeAl o τ_1 o τ_2 , encima de dicha capa de Fe_3Al , tiene menos del 13 % de Si en solución sólida, en la que dicho FeAl_3 o Fe_2Al_5 en dicha capa externa tiene menos del 6 % de Si en solución sólida, y en la que dicha fase menor discontinua de FeAl o τ_1 o τ_2 , tiene menos del 13 % de Si en solución sólida.

12. Pieza revestida estampada en caliente, según la reivindicación 11, en la que la suma de los grosores de dicha capa de Fe_3Al y dicha capa de FeAl o τ_1 o τ_2 es inferior a un tercio del grosor total de dicho revestimiento.

- 5 13. Pieza revestida estampada en caliente, según la reivindicación 11 o 12, en la que el grosor de dicho revestimiento en cada una de dichas caras está comprendido entre 20 y 60 micrómetros.

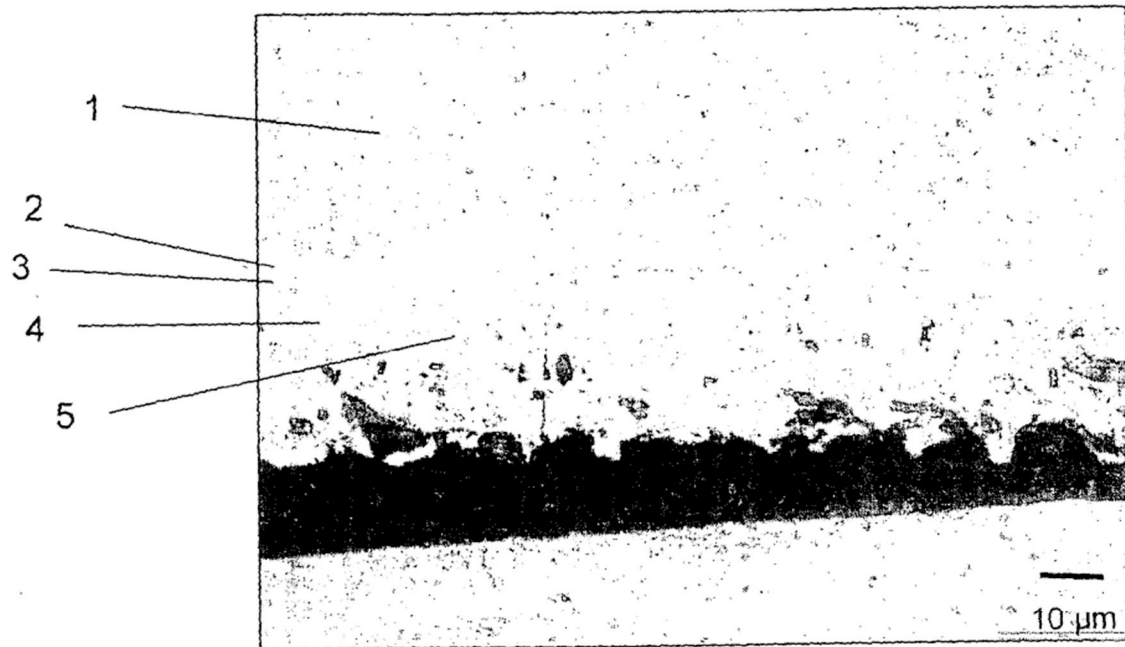


Fig. 1

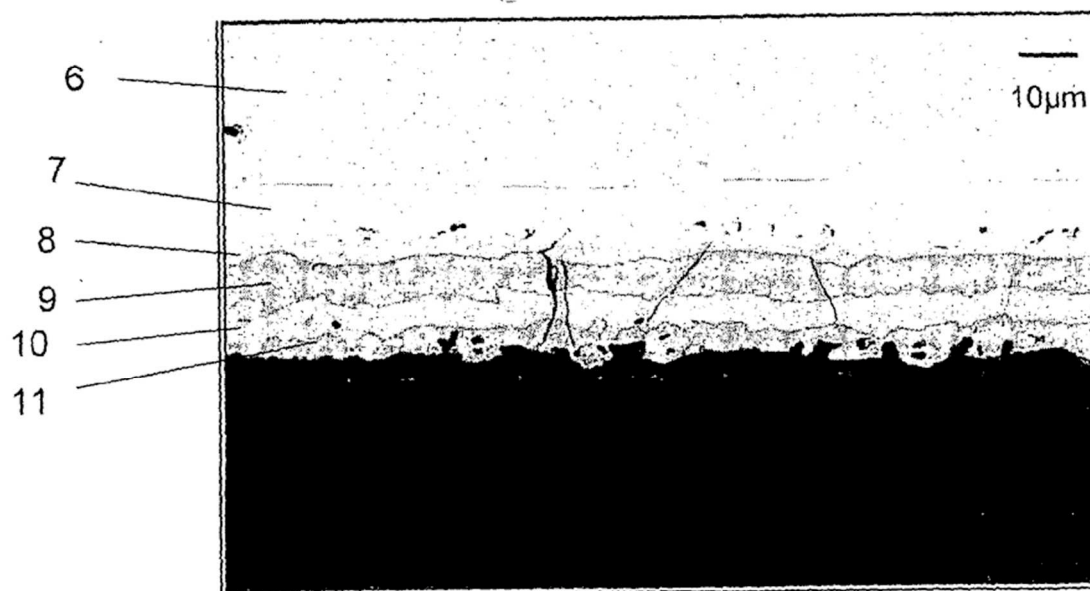
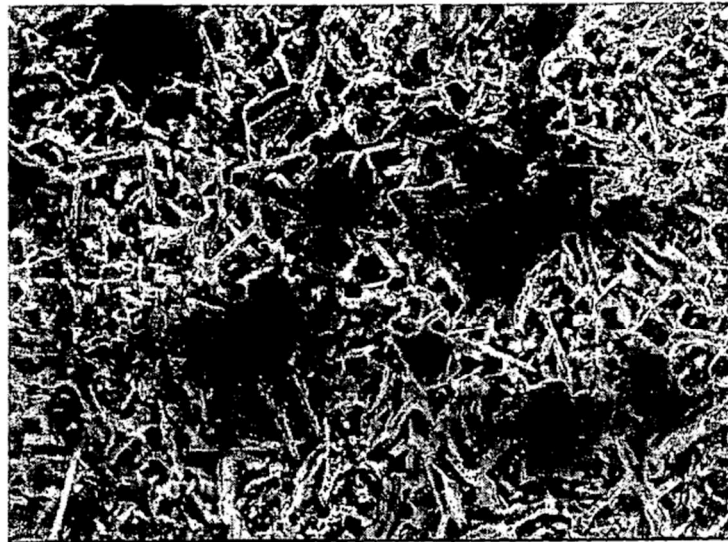


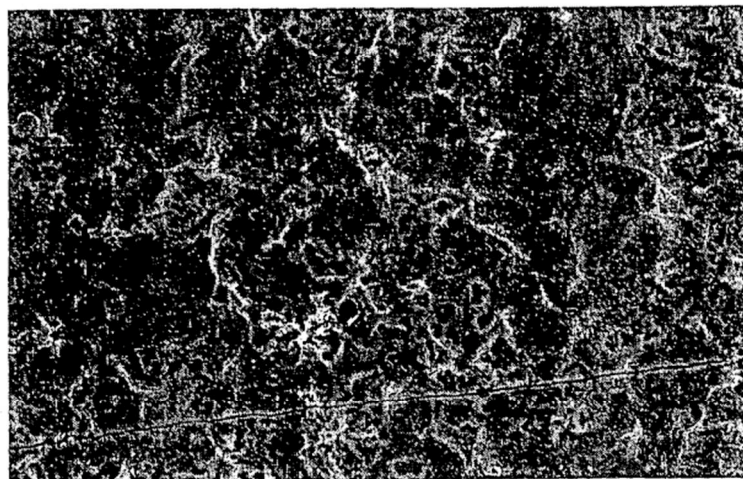
Fig. 2

Fig. 3



—
20µm

Fig. 4



—
20µm

Fig. 5



—
20µm

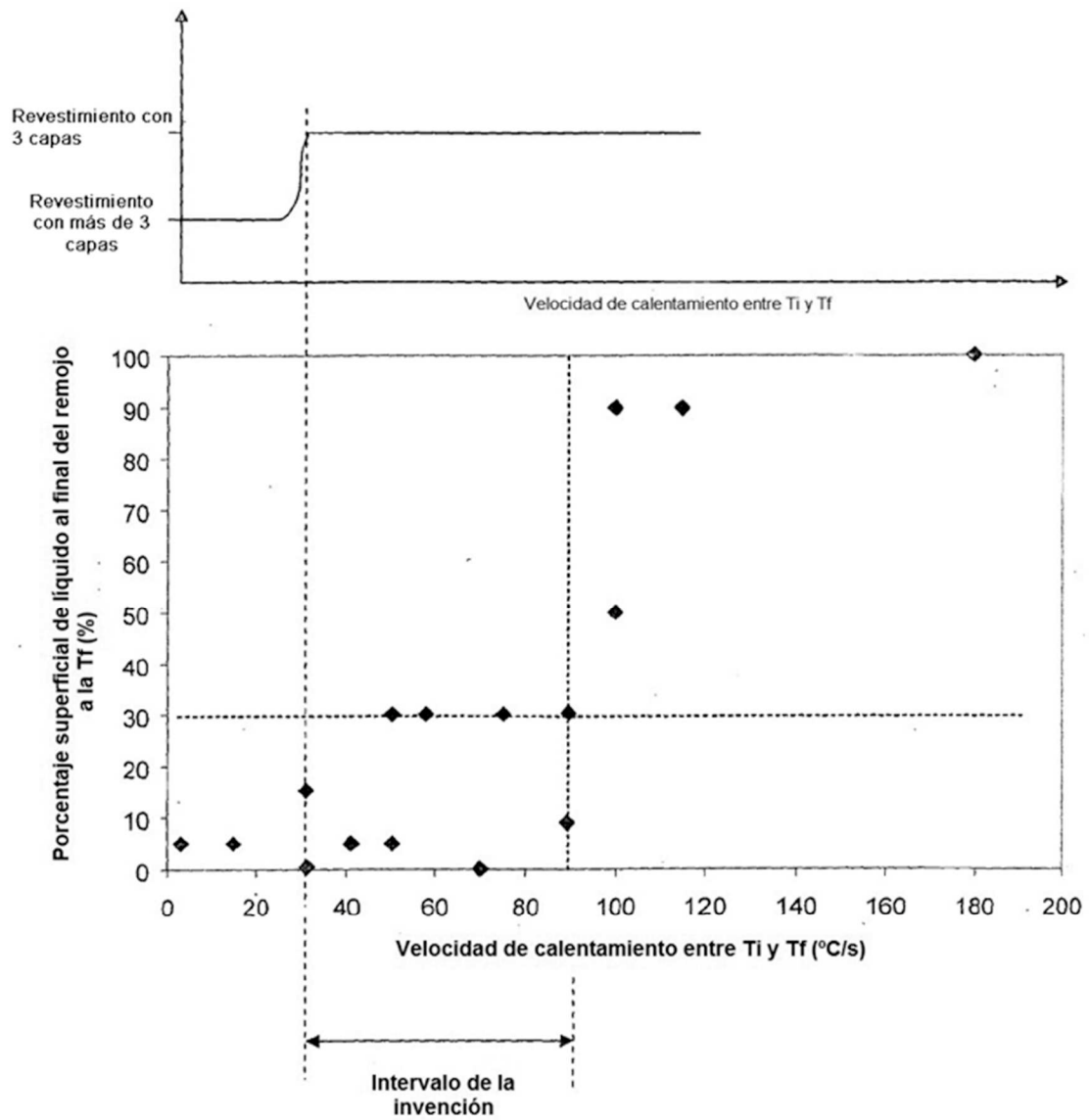


Figura 6

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 *Esta lista de referencias citada por el solicitante es únicamente para mayor comodidad del lector. No forman parte del documento de la Patente Europea. Incluso teniendo en cuenta que la compilación de las referencias se ha efectuado con gran cuidado, los errores u omisiones no pueden descartarse; la EPO se exime de toda responsabilidad al respecto.*

Documentos de patentes citados en la descripción

- EP 0971044 A
- WO 2008053273 A
- JP 2007314874 A
- JP 2004244704 A
- WO 2007064172 A1
- JP 9202953 A

Literatura no patente citada en la descripción

- **V.G. RIVLIN ; G.V. RAYNOR.** Phase equilibria in iron ternary alloys. *Institute of Metals of Metals*, 1988