

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) Nº de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 881 144

(21) Nº d'enregistrement national : 05 00637

(51) Int Cl⁸ : C 22 C 38/04 (2006.01), C 22 C 38/02, C 21 D 8/02

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 21.01.05.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 28.07.06 Bulletin 06/30.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(71) Demandeur(s) : USINOR Société anonyme — FR.

(72) Inventeur(s) : SCOTT COLIN, CUGY PHILIPPE, ROSCINI MAURITA, DEZ ANNE EDITH et CORNETTE DOMINIQUE.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) :

(54) PROCÉDÉ DE FABRICATION DE TOLES D'ACIER AUSTENITIQUE FER-CARBONE-MANGANESE A HAUTE RESISTANCE A LA FISSURATION DIFFÉRÉE, ET TOLES AINSI PRODUITES.

(57) Tôle en acier austénitique fer-carbone-manganèse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids: 0,45% ≤ C ≤ 0,75%, 15% ≤ Mn ≤ 26%, Si ≤ 3%, Al ≤ 0,050%, S ≤ 0,030%, P ≤ 0,080%, N ≤ 0,1%, au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène 0,050% ≤ V ≤ 0,50%, 0,040% ≤ Ti ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Nb ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Cr ≤ 2 %, 0,14% ≤ Mo ≤ 2%, et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi 0,0005% ≤ B ≤ 0,003%, Ni ≤ 1 %, Cu ≤ 5%, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la quantité dudit au moins un élément métallique sous forme de carbures, nitrides ou de carbonitrides précipités étant: 0,030% ≤ V_p ≤ 0,150%, 0,030% ≤ Ti_p ≤ 0,130%, 0,040% ≤ Nb_p ≤ 0,220%, 0,070% ≤ Cr_p ≤ 0,6%, 0,14% ≤ Ma_p ≤ 0,44%.

FR 2 881 144 - A1



L'invention concerne la fabrication de tôles laminées à chaud et à froid d'acières austénitiques fer-carbone-manganèse présentant de très hautes caractéristiques mécaniques, et notamment une résistance mécanique élevée combinée à une excellente résistance à la fissuration différée.

- 5 On sait que certaines applications, notamment dans le domaine automobile, requièrent un allègement et une résistance accrue des structures métalliques en cas de choc ainsi qu'une bonne aptitude à l'emboutissage : Ceci nécessite l'emploi de matériaux structuraux combinant une résistance élevée à la rupture et une grande aptitude à la déformation. Pour répondre à ces besoins, le brevet FR 2 829 775 divulgué par exemple des alliages austénitiques ayant pour éléments principaux : fer-carbone (jusqu'à 2%) manganèse (entre 10 et 40%) susceptibles d'être laminés à chaud ou à froid, présentant une résistance susceptible d'excéder 1200MPa. Le mode de déformation de ces aciers ne dépend que de l'énergie de défaut d'empilement : pour une énergie de défaut d'empilement suffisamment élevée, on observe un mode de déformation mécanique par maclage, ce qui permet d'obtenir une grande capacité d'écrouissage. En faisant obstacle à la propagation des dislocations, les macles participent à l'augmentation de la limite d'écoulement. Cependant, lorsque l'énergie de défaut d'empilement excède un certain seuil, le glissement des dislocations parfaites devient le mécanisme de déformation dominant et la capacité d'écrouissage est moindre. Le brevet précité divulgue donc des nuances d'acier Fe-C-Mn dont l'énergie de défaut d'empilement est telle qu'un écrouissage important est observé, allié à une résistance mécanique très élevée.
- 10 15 20 25 30 Or on sait que la sensibilité à la fissuration différée augmente avec la résistance mécanique, en particulier après certaines opérations de mise en forme à froid puisque des contraintes résiduelles importantes sont susceptibles de subsister après déformation. En combinaison avec de l'hydrogène atomique éventuellement présent dans le métal, ces contraintes sont susceptibles de conduire à une fissuration différée, c'est-à-dire intervenant un certain temps après la déformation elle-même. L'hydrogène peut s'accumuler progressivement par diffusion dans les défauts du réseau cristallin comme les interfaces matrice/inclusion, les joints de macle et les

5 joints de grains. C'est dans ces derniers que l'hydrogène peut devenir nocif lorsqu'il atteint une concentration critique après un certain temps. Ce délai résulte du champ de répartition des contraintes résiduelles et de la cinétique de diffusion de l'hydrogène, le coefficient de diffusion de l'hydrogène à température ambiante étant faible, plus particulièrement dans les alliages à structure austénitique où le parcours moyen par seconde de cet élément est de l'ordre de 0,03 micromètres. De plus, l'hydrogène localisé aux joints de grains affaiblit leur cohésion et favorise l'apparition de fissures intergranulaires différées.

10 Il existe donc un besoin de disposer d'acières laminés à chaud ou à froid présentant simultanément une résistance élevée et une grande ductilité, alliées à une très haute résistance à la rupture différée.

15 Il existe également un besoin de disposer de tels aciers dans des conditions économiques, c'est-à-dire avec des conditions de fabrication compatibles avec les impératifs de productivité des lignes industrielles existantes, ainsi qu'avec des coûts acceptables pour ce type de produits. On sait en particulier qu'il est possible de réduire significativement la teneur en hydrogène par des traitements thermiques spécifiques de dégazage. Outre leur coût additionnel, les conditions thermiques de ces traitements conduisent éventuellement à un grossissement du grain ou à une précipitation de cémentite dans ces aciers, parfois incompatible avec les exigences en termes de propriétés mécaniques.

20 Le but de l'invention est donc de disposer d'une tôle ou d'un produit d'acier laminé à chaud ou à froid de fabrication économique, présentant une résistance supérieure à 900 MPa, un allongement à rupture supérieur à 50%, particulièrement apte à la mise en forme à froid et présentant une très haute résistance à la fissuration différée, sans nécessité particulière de traitement thermique spécifique de dégazage.

25 A cet effet, l'invention a pour objet une tôle en acier austénitique fer-carbone-manganèse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$, $15\% \leq Mn \leq 26\%$, $Si \leq 3\%$, $Al \leq 0,050\%$, $S \leq 0,030\%$, $P \leq 0,080\%$, $N \leq 0,1\%$, au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène :

0,050% ≤ V ≤ 0,50%, 0,040% ≤ Ti ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Nb ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Cr
 ≤ 2 %, 0,14% ≤ Mo ≤ 2% et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis
 parmi 0,0005% ≤ B ≤ 0,003%, Ni ≤ 1%, Cu ≤ 5%, le reste de la composition
 étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la
 5 quantité d'éléments métalliques sous forme de carbures, nitrures ou de
 carbonitrides précipités étant : 0,030% ≤ V_p ≤ 0,150%, 0,030% ≤ Ti_p ≤ 0,130%,
 0,040% ≤ Nb_p ≤ 0,220%, 0,070% ≤ Cr_p ≤ 0,6%, 0,14% ≤ Mo_p ≤ 0,44%.
 Préférentiellement, la composition de l'acier comprend : 0,50% ≤ C ≤ 0,70%
 Selon un mode préféré, la composition de l'acier comprend : 17% ≤ Mn ≤
 10 24%
 Selon un mode préféré, la composition de l'acier comprend 0,070% ≤ V ≤
 0,40 %, la quantité de vanadium sous forme de carbures, nitrures ou de
 carbonitrides précipités étant 0,070% ≤ V_p ≤ 0,140%
 A titre préférentiel, la composition de l'acier comprend 0,060% ≤ Ti ≤ 0,40%, la
 15 quantité de titane sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides
 précipités étant : 0,060% ≤ Ti_p ≤ 0,110%
 La composition de l'acier comprend avantageusement 0,090% ≤ Nb ≤ 0,40%,
 la quantité de niobium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides
 précipités étant : 0,090% ≤ Nb_p ≤ 0,200%
 20 De préférence, la composition de l'acier comprend 0,20% ≤ Cr ≤ 1,8%, la
 quantité en chrome sous forme de carbures précipités étant 0,20% ≤ Cr_p ≤
 0,5%
 Préférentiellement, la composition de l'acier comprend 0,20% ≤ Mo ≤ 1,8%, la
 25 quantité en molybdène sous forme de carbures précipités étant 0,20% ≤ Mo_p ≤
 0,35%
 Selon un mode préféré, la taille moyenne des précipités est comprise entre 5
 et 25 nanomètres, et plus préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres
 Avantageusement, au moins 75% de la population desdits précipités se
 trouve située en position intragranulaire
 30 L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle
 laminée à froid en acier austénitique fer-carbone-manganèse selon lequel on

approvisionne un acier dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

- 0,45% ≤ C ≤ 0,75%, 15% ≤ Mn ≤ 26%, Si ≤ 3%, Al ≤ 0,050%, S ≤ 0,030%, P ≤ 0,080%, N ≤ 0,1%, au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, 5 le titane, le niobium, le chrome, le molybdène : 0,050% ≤ V ≤ 0,50%, 0,040% ≤ Ti ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Nb ≤ 0,50%, 0,070% ≤ Cr ≤ 2 %, 0,14% ≤ Mo ≤ 2%, et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi 0,0005% ≤ B ≤ 10 0,003%, Ni ≤ 1%, Cu ≤ 5%, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier, on porte ce demi-produit à une température comprise entre 1100 et 1300°C, on lamine à chaud ce demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 890°C, on bobine la tôle obtenue à une température inférieure à 580°C, on lamine à froid la tôle et on effectue un traitement thermique de recuit comprenant une phase de 15 chauffage avec une vitesse de chauffage Vc, une phase de maintien à une température Tm pendant un temps de maintien tm, suivie d'une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement Vr, suivie optionnellement d'une phase de maintien à une température Tu pendant un temps de maintien tu, les paramètres Vc, Tm, tm, Vr, Tu, tu étant ajustés pour obtenir la 20 quantité d'éléments métalliques précipités mentionnée ci-dessus.
- Selon un mode préféré, les paramètres Vc, Tm, tm, Vr, Tu, tu sont ajustés de telle sorte que la taille moyenne des précipités de carbures, nitrures ou de carbonitrides après le recuit soit comprise entre 5 et 25 nanomètres, et préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres.
- 25 Les paramètres Vc, Tm, tm, Vr, Tu, tu sont ajustés avantageusement de telle sorte qu'au moins 75% de la population des précipités après le recuit se trouve située en position intragranulaire.
- Selon un mode préféré, on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend 0,050% ≤ V ≤ 0,50%, on lamine à chaud le demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 950°C, on bobine la tôle à une température inférieure à 500°C, on lamine à froid la tôle 30 avec un taux de réduction supérieur à 30%, on effectue un traitement

thermique de recuit avec une vitesse de chauffage V_c comprise entre 2 et 10°C/s, à une température T_m comprise entre 700 et 870°C pendant un temps compris entre 30 et 180 s, et on refroidit la tôle à une vitesse comprise entre 10 et 50°C/s.

- 5 La vitesse de chauffage V_c est préférentiellement comprise entre 3 et 7°C/s. Selon un mode préféré, la température de maintien T_m est comprise entre 720 et 850°C.

La coulée du demi-produit est avantageusement effectuée sous forme de coulée de brames ou de bandes minces entre cylindres d'acier contra-rotatifs.

- 10 L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier austénitique décrite ci-dessus ou fabriquée par un procédé décrit ci-dessus, pour la fabrication de pièces de structure, d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures, dans le domaine automobile.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de 15 la description ci-dessous, donnée à titre d'exemple. Après de nombreux essais, les inventeurs ont montré que les différentes exigences rapportées ci-dessus peuvent être satisfaites en observant les conditions suivantes :

- 20 En ce qui concerne la composition chimique de l'acier, le carbone joue un rôle très important sur la formation de la microstructure et les propriétés mécaniques: il augmente l'énergie de défaut d'empilement et favorise la stabilité de la phase austénitique. En combinaison avec une teneur en manganèse allant de 15 à 26% en poids, cette stabilité est obtenue pour une teneur en carbone supérieure ou égale à 0,45%. Cependant, pour une teneur en carbone supérieure à 0,75%, il devient difficile d'éviter une précipitation excessive de carbures au cours de certains cycles thermiques lors de la 25 fabrication industrielle, précipitation qui dégrade la ductilité.

Préférentiellement, la teneur en carbone est comprise entre 0,50 et 0,70% en poids de façon à obtenir une résistance suffisante alliée à une précipitation optimale de carbures ou de carbonitrides.

- 30 Le manganèse est également un élément indispensable pour accroître la résistance, augmenter l'énergie de défaut d'empilement et stabiliser la phase austénitique. Si sa teneur est inférieure à 15%, il existe un risque de formation de phases martensitiques qui diminuent très notablement l'aptitude

à la déformation. Par ailleurs, lorsque la teneur en manganèse est supérieure à 26%, la ductilité à température ambiante est dégradée. De plus, pour des questions de coût, il n'est pas souhaitable que la teneur en manganèse soit élevée.

- 5 Préférentiellement, la teneur en manganèse est comprise entre 17 et 24% de façon à optimiser l'énergie de défaut d'empilement et à éviter la formation de martensite sous l'effet d'une déformation. Par ailleurs, lorsque la teneur en manganèse est supérieure à 24%, le mode de déformation par maclage est moins favorisé par rapport au mode de glissement de dislocations parfaites.
- 10 L'aluminium est un élément très efficace pour la désoxydation de l'acier. Comme le carbone, il augmente l'énergie de défaut d'empilement. Cependant, sa présence excessive dans des aciers à forte teneur en manganèse présente un inconvénient : en effet, le manganèse augmente la solubilité de l'azote dans le fer liquide. Si une quantité d'aluminium trop importante est présente dans l'acier, l'azote se combinant avec l'aluminium précipite sous forme de nitrides d'aluminium gênant la migration des joints de grain lors de la transformation à chaud et augmente très notablement le risque d'apparitions de fissures en coulée continue. De plus, comme il sera expliqué plus loin, une quantité suffisante d'azote doit être disponible pour former de fins précipités de carbo-nitrides pour l'essentiel. Une teneur en Al inférieure ou égale à 0,050 % permet d'éviter une précipitation d'AIN et de garder une teneur suffisante en azote pour la précipitation des éléments mentionnés ci-dessous.
- 15 Corrélativement, la teneur en azote doit être inférieure ou égale à 0,1% afin d'éviter cette précipitation et la formation de défauts volumiques (soufflures) lors de la solidification. De plus, en présence d'éléments susceptibles de précipiter sous forme de nitrides, tels que le vanadium, le niobium, le titane, la teneur en azote ne doit pas excéder 0,1% sous peine d'obtenir une précipitation grossière inefficace vis-à-vis du piégeage de l'hydrogène.
- 20 25 Le silicium est également un élément efficace pour désoxyder l'acier ainsi que pour durcir en phase solide. Cependant, au-delà d'une teneur de 3%, il diminue l'allongement, tend à former des oxydes indésirables lors de certains procédés d'assemblage et doit donc être tenu inférieur à cette limite.

Le soufre et le phosphore sont des impuretés fragilisant les joints de grains. Leur teneur respective doit être inférieure ou égale à 0,030 et 0,080% afin de maintenir une ductilité à chaud suffisante.

5 A titre optionnel, le bore peut être ajouté en quantité comprise entre 0,0005 et 0,003%. Cet élément ségrège aux joints de grains austénitiques et renforce leur cohésion. Au-dessous de 0,0005%, cet effet n'est pas obtenu. Au delà de 0,003%, le bore précipite sous forme de borocarbures, et l'effet est saturé.

10 Le nickel peut être utilisé à titre optionnel pour augmenter la résistance de l'acier par durcissement en solution solide. Le nickel contribue à obtenir un allongement à rupture important et augmente en particulier la ténacité. Cependant, il est également souhaitable pour des questions de coûts, de limiter la teneur en nickel à une teneur maximale inférieure ou égale à 1%.

15 De même, à titre optionnel, une addition de cuivre jusqu'à une teneur inférieure ou égale à 5% est un moyen de durcir l'acier par précipitation de cuivre métallique. Cependant, au-delà de cette teneur, le cuivre est responsable de l'apparition de défauts de surface en tôle à chaud.

Les éléments métalliques susceptibles de former des précipités, tels que le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène, jouent un rôle important dans le cadre de l'invention.

20 En effet, on sait que la fissuration différée est provoquée par une concentration locale excessive en hydrogène, en particulier aux joints de grains austénitiques. Les inventeurs ont mis en évidence que certains types de précipités, dont la nature, la quantité, la taille et la répartition sont définies de manière précise selon l'invention, réduisaient très notablement la sensibilité à la fissuration différée, et ceci sans diminuer les propriétés de ductilité et de ténacité.

25 Les inventeurs ont tout d'abord mis en évidence que des carbures, nitrides ou des carbonitrides précipités de vanadium, de titane ou de niobium, étaient très efficaces pour servir de pièges à hydrogène. Des carbures de chrome ou de molybdène peuvent également jouer ce rôle. A température ambiante, l'hydrogène est alors piégé de façon irréversible à l'interface entre ces précipités et la matrice. Il est cependant nécessaire, pour assurer le piégeage de l'hydrogène résiduel qui pourrait être rencontré dans certaines conditions

industrielles, que la quantité d'éléments métalliques sous forme de précipités soit supérieure ou égale à une teneur critique, dépendant de la nature des précipités. La quantité d'éléments métalliques sous forme de précipités de carbures, de nitrides, ou de carbonitrides, est désignée par V_p , Ti_p , Nb_p , respectivement pour le vanadium, le titane et le niobium, et par Cr_p , Mo_p pour 5 le chrome et le molybdène sous forme de carbures.

A ce titre, l'acier comprend un ou plusieurs éléments métalliques choisis parmi :

- le vanadium, en quantité comprise entre 0,050 et 0,50% en poids, et 10 dont la quantité V_p sous forme de précipités est comprise entre 0,030% et 0,150% en poids. Préférentiellement, la teneur en vanadium est comprise entre 0,070% et 0,40%, la quantité V_p étant comprise entre 0,070% et 0,140% en poids.
- le titane, en quantité Ti comprise entre 0,040 et 0,50% en poids, la 15 quantité Ti_p sous forme de précipités étant comprise entre 0,030% et 0,130%. Préférentiellement, la teneur en titane est comprise entre 0,060% et 0,40 %, la quantité Ti_p étant comprise entre 0,060% et 0,110% en poids.
- le niobium, en quantité comprise entre 0,070 et 0,50% en poids, la 20 quantité Nb_p sous forme de précipités étant comprise entre 0,040 et 0,220%. Préférentiellement, la teneur en niobium est comprise entre 0,090% et 0,40 %, la quantité Nb_p étant comprise entre 0,090% et 0,200% en poids
- le chrome, en quantité comprise entre 0,070% et 2% en poids, la 25 quantité Cr_p sous forme de précipités étant comprise entre 0,070% et 0,6%. Préférentiellement, la teneur en chrome est comprise entre 0,20% et 1,8%, la quantité Cr_p étant comprise entre 0,20 et 0,5%
- Le molybdène, en quantité comprise entre 0,14 et 2% en poids, la 30 quantité Mo_p sous forme de précipités est comprise entre 0,14 et 0,44%. Préférentiellement, la teneur en molybdène est comprise entre 0,20 et 1,8%, la quantité Mo_p étant comprise entre 0,20 et 0,35%.

La valeur minimale exprimée pour ces différents éléments (par exemple 0,050% pour le vanadium) correspond à une quantité d'addition nécessaire

pour former des précipités compte tenu des cycles thermiques de fabrication. Une teneur minimale préférentielle (par exemple de 0,070% pour le vanadium) est recommandée, de façon à obtenir une quantité de précipités plus importante.

5 La valeur maximale exprimée pour ces différents éléments (par exemple 0,50% pour le vanadium) correspond à une précipitation excessive, ou sous une forme non appropriée, détériorant les propriétés mécaniques, ou à une mise en œuvre non économique de l'invention. Une teneur maximale préférentielle (par exemple de 0,40% pour le vanadium) est recommandée, de façon à optimiser l'addition de l'élément.

10 La valeur minimale d'éléments métalliques sous forme de précipités (par exemple 0,030% dans le cas du vanadium) correspond à une quantité de précipités pour réduire de façon très efficace la sensibilité à la fissuration différée. Une quantité minimale préférentielle (par exemple 0,070% dans le cas du vanadium) est recommandée, de façon à obtenir une résistance 15 particulièrement élevée à la fissuration différée.

15 La valeur maximale d'éléments métalliques sous forme de précipités (par exemple 0,150% pour le vanadium) marque une détérioration de la ductilité ou de la ténacité, la rupture s'amorçant sur les précipités. Par ailleurs, au-delà de cette valeur maximale, une précipitation intense intervient, qui peut empêcher une recristallisation totale lors de traitements thermiques de recuit 20 continu après laminage à froid.

25 Une teneur maximale préférentielle sous forme de précipités (par exemple 0,140% pour le vanadium) est recommandée, de façon à ce que la ductilité soit conservée le plus possible et à ce que la précipitation obtenue soit compatible avec la recristallisation lors des conditions usuelles de recuit de recristallisation.

En outre, les inventeurs ont mis en évidence qu'une taille moyenne de précipités trop importante réduisait l'efficacité du piégeage. On entend ici par 30 taille moyenne de précipités la taille qui peut être mesurée par exemple à partir de répliques avec extraction, suivies d'observations par microscopie électronique en transmission : on mesure le diamètre (dans le cas de précipités sphériques ou quasi-sphériques) ou la plus grande longueur (dans

le cas de précipités de forme irrégulière) de chaque précipité, puis on établit un histogramme de distribution de la taille de ces précipités dont on calcule la moyenne à partir du comptage d'un nombre statistiquement représentatif de particules. Au-delà d'une taille moyenne de 25 nanomètres, l'efficacité du piégeage de l'hydrogène décroît en raison de la diminution de l'interface entre les précipités et la matrice. A quantité précipitée donnée, une taille moyenne de précipités excédant 25 nanomètres diminue également la densité de précipités présents, accroissant ainsi excessivement la distance inter-sites de piégeage. La surface interfaciale de piégeage pour l'hydrogène est également réduite. Préférentiellement, la taille moyenne de précipités est inférieure à 20 nanomètres afin de piéger la quantité d'hydrogène la plus grande possible.

Cependant, lorsque la taille moyenne de particules est inférieure à 5 nanomètres, les précipités auront tendance à se former de manière cohérente avec la matrice, réduisant ainsi la faculté de piégeage. La difficulté de contrôle de ces précipités très fins est également accrue. On évite de façon optimale ces difficultés lorsque la taille moyenne de précipités est supérieure à 7 nanomètres. Cette valeur moyenne peut intégrer la présence de nombreux précipités très fins, dont la taille est de l'ordre du nanomètre.

Les inventeurs ont également mis en évidence que les précipités sont avantageusement situés en position intragranulaire pour réduire la sensibilité à la fissuration différée : en effet, lorsque au moins 75% de la population des précipités est située en position intragranulaire, la répartition de l'hydrogène éventuellement présent se fait de façon plus homogène, sans accumulation aux joints de grains austénitiques qui sont des sites potentiels de fragilisation.

L'addition d'un des éléments précités, en particulier le chrome, permet d'obtenir une précipitation de carbures variés tels que MC, M₇C₃, M₂₃C₆, M₃C où M désigne non seulement l'élément métallique mais aussi le Fe ou le Mn, éléments présents dans la matrice. La présence du fer et du manganèse au sein des précipités permet d'accroître à moindre coût la quantité de précipités, renforçant ainsi l'efficacité de la précipitation.

Les inventeurs ont également mis en évidence que des additions de vanadium, celui-ci étant précipité sous forme de carbures de vanadium VC,

nitrures de vanadium VN, carbonitrides plus ou moins complexes V(CN), étaient particulièrement avantageuses dans le cadre de l'invention.

En effet, l'invention a pour objet de disposer simultanément d'acières à très hautes caractéristiques mécaniques et peu sensibles à la rupture différée.

- 5 Comme on l'a évoqué ci-dessus dans le cadre de la fabrication d'une tôle laminée à froid et recuite, il convient que l'acier soit totalement recristallisé après le cycle de recuit. Une précipitation trop précoce, intervenant par exemple au stade de la coulée, du laminage à chaud ou du bobinage, sera un frein éventuel à la recristallisation et risque de durcir le métal et d'augmenter 10 les efforts de laminage à chaud ou à froid. Elle sera également d'une moindre efficacité car elle interviendra de façon significative sur les joints de grains austénitiques. La taille de ces précipités formés à haute température sera plus importante, souvent supérieure à 25 nanomètres.

Les inventeurs ont mis en évidence que des additions de vanadium étaient 15 particulièrement désirables dans la mesure où la précipitation de cet élément n'intervient pratiquement pas durant le laminage à chaud ou le bobinage. De la sorte, les réglages préexistants d'efforts de laminage à chaud et à froid ne sont pas à modifier et tout le vanadium est disponible pour une précipitation très fine et homogène lors du cycle de recuit ultérieur après laminage à froid.

- 20 La précipitation intervient sous forme de VC et sous forme de VN ou V(CN) nanométrique répartie de façon homogène, la grande majorité des précipités étant située en position intragranulaire, c'est à dire sous la forme la plus souhaitable pour le piégeage de l'hydrogène. De plus, cette fine précipitation limite la croissance du grain, une taille de grain austénitique plus fine peut 25 ainsi être obtenue après recuit.

La mise en œuvre du procédé de fabrication selon l'invention est la suivante :

On élabore un acier dont la composition comprend : $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$ $15\% \leq Mn \leq 26\%$, $Si \leq 3\%$, $Al \leq 0,050\%$, $S \leq 0,030$, $P \leq 0,080\%$, $N \leq 0,1\%$, un ou plusieurs éléments choisis parmi $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$, $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$, $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$, $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$, $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$, et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$, $Ni \leq 1\%$, $Cu \leq 5\%$, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables

provenant de l'élaboration.

Cette élaboration peut être suivie d'une coulée en lingots, ou en continu sous forme de brames d'épaisseur de l'ordre de 200mm. On peut également effectuer avec profit la coulée sous forme de brames minces, de quelques dizaines de millimètres d'épaisseur, ou de bandes minces de quelques millimètres. Lorsque certains éléments d'addition selon l'invention tels que le titane ou le niobium sont présents, la coulée sous forme de produits minces conduira plus particulièrement à une précipitation de nitrures ou de carbonitrides très fins et stables thermiquement, dont la présence réduit la sensibilité à la fissuration différée.

Ces demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température comprise entre 1100 et 1300°C. Ceci a pour but d'atteindre en tout point les domaines de température favorables aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage. Cependant, la température de réchauffage ne doit pas être supérieure à 1300°C sous peine d'être trop proche de la température de solidus qui pourrait être atteinte dans d'éventuelles zones enrichies localement en manganèse et/ou en carbone et de provoquer un passage local par un état liquide qui serait néfaste pour la mise en forme à chaud. Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces, l'étape de laminage à chaud de ces demi-produits débutant entre 1300 et 1000°C peut se faire directement après coulée sans passer par l'étape de réchauffage intermédiaire.

On lamine à chaud le demi-produit, par exemple pour arriver à une épaisseur de bande laminée à chaud de 2 à 5 millimètres d'épaisseur, voire 1 à 5 mm dans le cas de demi-produit provenant d'une coulée en brames minces, ou 0,5 à 3 mm dans le cas d'une coulée de bandes minces. La faible teneur en aluminium de l'acier selon l'invention permet d'éviter une précipitation excessive d'AIN qui nuirait à la déformabilité à chaud lors du laminage. Afin d'éviter tout problème de fissuration par manque de ductilité, la température de fin de laminage doit être supérieure ou égale à 890°C.

Après laminage, la bande doit être bobinée à une température telle qu'une précipitation de carbures, essentiellement de la cémentite $(Fe,Mn)_3C$ intergranulaire, n'intervienne pas significativement, ce qui conduirait à une

diminution de certaines propriétés mécaniques. Ceci est obtenu lorsque la température de bobinage est inférieure à 580°C. On choisira également les conditions d'élaboration de telle sorte que le produit obtenu soit complètement recristallisé.

5 On peut alors procéder à un laminage à froid ultérieur suivi d'un recuit. Cette étape supplémentaire permet d'obtenir une taille de grain inférieure à celle obtenue sur bande à chaud et donc à des propriétés de résistance plus élevées. Elle doit naturellement être mise en œuvre si l'on cherche à obtenir des produits d'épaisseur plus fine, allant par exemple de 0,2 mm à quelques
10 mm d'épaisseur.

Partant d'un produit laminé à chaud obtenu par le procédé décrit ci-dessus, on effectue un laminage à froid après avoir éventuellement réalisé un décapage préalable de façon usuelle. Après cette étape de laminage, le grain est très écroui, et il convient d'effectuer un recuit de recristallisation : ce
15 traitement a pour effet de restaurer la ductilité et d'obtenir une précipitation selon l'invention. Ce recuit effectué de préférence en continu comporte les étapes successives suivantes :

- 20
- Une phase de chauffage caractérisée par une vitesse de chauffage V_c ,
 - une phase de maintien à une température T_m pendant un temps de maintien t_m ,
 - Une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement V_r ,
 - Optionnellement une phase de maintien à une température T_u pendant un temps de maintien t_u

Avant la phase optionnelle de maintien à la température T_u , le produit peut
25 être éventuellement refroidi jusqu'à la température ambiante. Cette phase de maintien à la température T_u peut être éventuellement réalisée au sein d'un dispositif distinct, par exemple un four permettant le recuit statique de bobines d'acier.

Le choix précis des paramètres V_c , T_m , t_m , V_r , T_u , t_u est usuellement effectué de telle sorte que les propriétés mécaniques recherchées soient
30 obtenues, en particulier grâce à une recristallisation complète. En outre, dans le cadre de l'invention l'homme du métier ajustera en fonction notamment du taux de laminage à froid, ceux-ci de telle sorte que la quantité d'éléments

métalliques (V, Ti, Nb, Cr, Mo) présents sous forme de carbures, nitrures ou carbonitrides précipités après le recuit soit comprise au sein des teneurs mentionnées ci-dessus ((V_p , Ti_p , Nb_p , Cr_p , Mo_p)

5 L'homme du métier ajustera également ces paramètres de recuit de telle sorte que la taille moyenne de ces précipités soit comprise entre 5 et 25 nanomètres, et préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres.

10 On pourra également ajuster ces paramètres de telle sorte qu'une grande majorité de la précipitation intervienne de façon homogène dans la matrice, c'est-à-dire que les précipités soient situés à au moins 75% en position intragranulaire.

En particulier, on mettra avantageusement en œuvre l'invention grâce à des additions de vanadium. Pour cela, on élaborera un acier de composition : $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$, $15\% \leq Mn \leq 26\%$, $Si \leq 3\%$, $Al \leq 0,050\%$, $S \leq 0,030\%$, $P \leq 0,080\%$, $N \leq 0,1\%$, $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$, et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$, $Ni \leq 1\%$, $Cu \leq 5\%$. On fabrique de façon optimale une tôle d'acier selon l'invention en coulant un demi-produit, en portant celui-ci à une température comprise entre 1100 et 1300°C, en laminant à chaud ce demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 950°C, puis en effectuant un bobinage à une température inférieure à 500°C.

20 On lamine à froid la tôle avec un taux de réduction supérieur à 30% (le taux de réduction étant défini par : (épaisseur de la tôle avant laminage à froid - épaisseur de la tôle après laminage à froid)/(épaisseur de la tôle avant laminage à froid)) Le taux de 30% correspond à une déformation minimale de façon à obtenir une recristallisation. On effectue ensuite un traitement thermique de recuit avec une vitesse de chauffage V_c comprise entre 2 et 10°C/s (préférentiellement entre 3 et 7°C/s), à une température T_m comprise entre 700 et 870°C (préférentiellement entre 720 et 850°C) pendant un temps compris entre 30 et 180s et on refroidira la tôle à une vitesse comprise entre 30 10 et 50°C/s

On obtient de la sorte un acier dont la résistance est supérieure à 1000MPa, dont l'allongement à rupture est supérieur à 50%, offrant une excellente

résistance à la fissuration différée en raison de la précipitation très fine et homogène de carbonitrides de vanadium.

Dans le cas d'additions de Cr ou de Mo selon l'invention, on effectuera avec profit un traitement de maintien en température ultérieur au recuit de 5 recristallisation de telle sorte que la précipitation de carbures nanométriques de chrome ou de molybdène n'interagisse pas avec la recristallisation. Ceci pourra être effectué sur des installations de recuit continu au sein d'une zone de survieillissement suivant immédiatement la phase de refroidissement évoquée ci-dessus. L'homme du métier ajustera donc les paramètres de cette 10 phase de maintien (température Tu, temps de maintien tu) de façon à obtenir la précipitation de carbures de chrome et de molybdène selon l'invention. Il est également possible de réaliser cette précipitation grâce à un recuit ultérieur en bobines.

A titre d'exemple non limitatif, les résultats suivants vont montrer les 15 caractéristiques avantageuses conférées par l'invention.

Exemple :

On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous (compositions exprimées en pourcentage pondéral. Outre les aciers I1 et I2, selon l'invention, on a indiqué à titre de comparaison la composition d'aciers 20 de référence : L'acier R1 a une très faible teneur en vanadium. Une tôle d'acier laminée à froid de l'acier R2, dans les conditions détaillées ci-dessous, comporte une quantité trop importante de précipités (voir tableau 2). L'acier R3 a une teneur excessive en vanadium.

Acier	C	Mn	Si	S	P	Al	Cu	Ni	N	B	V
I1	0,635	21,79	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,160
I2	0,595	21,80	0,200	0,006	0,007	0,004	<0,002	<0,01	0,003	0,0023	0,225
R1	0,600	21,84	0,198	0,007	0,006	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,013
R2	0,625	21,65	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,405
R3	0,625	21,64	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,865

Tableau 1 : Composition des aciers

I1-2 : selon l'invention. R1-3 : Référence

Des demi-produits de ces aciers ont été réchauffés à 1180°C, laminés à chaud jusqu'à une température de 950°C pour les amener à une épaisseur de 3mm puis bobinés à la température de 500°C.

Les tôles d'acier ainsi obtenues ont été ensuite laminées à froid avec un taux de réduction de 50% jusqu'à une épaisseur de 1,5mm, puis recuites dans les conditions présentées au tableau 2.

On a déterminé la quantité d'éléments métalliques précipités sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides, dans ces différentes tôles par extraction chimique et dosage sélectif. Compte tenu des compositions et des conditions de fabrication, ces précipités éventuels sont ici à base de vanadium, majoritairement des carbonitrides de vanadium. La quantité de vanadium V_p sous forme de précipités a été reportée au tableau 2 ainsi que la taille moyenne des précipités mesurée à partir de répliques avec extraction observées par microscopie électronique en transmission.

Acier	Vc (°C/s)	Tm (°C)	tm (s)	Vr(°C/ s)	Teneur en vandium V (%)	Vp sous forme de précipités (%)	Taille moyenne des précipités (nm)
I1	3°C/s	825	180	25°C/s	0,160	0,053	17
I2	3°C/s	800	180	25°C/s	0,225	0,115	17
R1	3°C/s	825	180	25°C/s	0,013	0 (*)	-
R2	3°C/s	850	180	25°C/s	0,405	0,219 (*)	15
R3	3°C/s	740	120	25°C/s	0,865(*)	nd	nd

Tableau 2 : Conditions de recuit après laminage à froid

Etat de précipitation après recuit

(*) : Hors invention

- 5 Le tableau 3 présente les caractéristiques mécaniques de traction : résistance et allongement à rupture, obtenues dans ces conditions. Par ailleurs, on a découpé des flans circulaires de 55mm de diamètre dans les tôles laminées à froid et recuites. Ces flans ont été ensuite emboutis par avalement sous forme de godets à fond plat (essais de rétreint Swift) en utilisant un poinçon de 33mm de diamètre. De la sorte, le facteur β caractérisant la sévérité de l'essai (rapport entre le diamètre de flan initial et le diamètre du poinçon) est de 1,66. On a ensuite relevé la présence éventuelle de micro-fissures soit immédiatement après mise en forme, soit après une période d'attente de 3 mois, caractérisant ainsi une éventuelle sensibilité à la fissuration différée. Les résultats de ces observations ont été également reportés au tableau 3.
- 10
- 15

Acier	Résistance(MPa)	Allongement à rupture (%)	Fissures observées après emboutissage	Fissures observées après un temps d'attente de 3 mois
I1	1071	55	Non	Non
I2	1090	58	Non	Non
R1	1074	63	Non	Oui
R2	1168	35	Non	Non
R3	1417	28	n.d.	n.d.

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques de traction obtenues sur tôles laminées à froid et recuites, et caractéristiques d'emboutissabilité et de sensibilité à la fissuration différée

n.d : non déterminé

5

Dans le cas de l'acier de référence R3, la teneur totale en vanadium (0,865%) est excessive, et il est impossible d'obtenir une recristallisation même après un recuit à 850°C. Les propriétés d'allongement sont alors très insuffisantes.

10 Dans le cas de l'acier R2, même si la taille des précipités est adéquate, la précipitation de vanadium se produit en quantité excessive (0,219% de vanadium précipité) ce qui provoque une détérioration de l'allongement à rupture et des caractéristiques insuffisantes.

Dans le cas de l'acier R1, la précipitation souhaitée n'est pas présente et l'on relève une sensibilité à la rupture différée.

15

Les aciers I1 et I2 selon l'invention comportent des précipités de nature et de taille convenable. Ceux-ci sont localisés à plus de 75% en position intragranulaire. Ces aciers combinent à la fois d'excellentes caractéristiques mécaniques (résistance supérieure à 1000MPa, allongement supérieur à 55%) et une haute résistance à la rupture différée. Cette dernière propriété est obtenue, même sans traitement thermique spécifique de dégazage.

20

Les tôles laminées à chaud ou à froid selon l'invention sont utilisées avec profit dans l'industrie automobile sous forme de pièces de structure,

d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures qui, en raison de leur très haute résistance et de leur grande ductilité, contribuent à une réduction très efficace du poids des véhicules tout en accroissant la sécurité en cas de choc.

REVENDICATIONS

1 - Tôle en acier austénitique fer-carbone-manganèse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

5 $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$
 $15\% \leq Mn \leq 26\%$
 $Si \leq 3\%$
 $Al \leq 0,050\%$
 $S \leq 0,030\%$
 $P \leq 0,080\%$
 $N \leq 0,1\%,$

10 au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène
 $0,050\% \leq V \leq 0,50\%,$
 $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$
 $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$
 $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$
 $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$

15 et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi
 $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$
 $Ni \leq 1\%$
 $Cu \leq 5\%,$

20 le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la quantité dudit au moins un élément métallique sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides précipités étant :
 $0,030\% \leq V_p \leq 0,150\%,$
 $0,030\% \leq Ti_p \leq 0,130\%$
 $0,040\% \leq Nb_p \leq 0,220\%$
 $0,070\% \leq Cr_p \leq 0,6\%$
 $0,14\% \leq Mo_p \leq 0,44\%,$

25 30

2 - Tôle en acier selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend, la teneur étant exprimée en poids

$$0,50\% \leq C \leq 0,70\%$$

5

3 - Tôle en acier selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend, la teneur étant exprimée en poids

$$17\% \leq Mn \leq 24\%$$

10 4 - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend $0,070\% \leq V \leq 0,40\%$, la quantité de vanadium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides précipités étant

$$0,070\% \leq V_p \leq 0,140\%$$

15

5 - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend $0,060\% \leq Ti \leq 0,40\%$, la quantité de titane sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides précipités étant

20

$$0,060\% \leq Ti_p \leq 0,110\%$$

6 - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend, $0,090\% \leq Nb \leq 0,40\%$, la quantité de niobium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides précipités étant

$$0,090\% \leq Nb_p \leq 0,200\%$$

7 - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que la composition dudit acier comprend $0,20\% \leq Cr \leq 1,8\%$, la quantité en chrome sous forme de carbures précipités étant

$$0,20\% \leq Cr_p \leq 0,5\%$$

8 - Tôle en acier selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que

la composition dudit acier comprend $0,20\% \leq Mo \leq 1,8\%$, la quantité en molybdène sous forme de carbures précipités étant

$$0,20\% \leq Mo_p \leq 0,35\%$$

5 9 – Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,
caractérisée en ce que la taille moyenne desdits précipités est comprise entre
5 et 25 nanomètres

10 10 – Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 9
caractérisée en ce que la taille moyenne desdits précipités est comprise entre
10 7 et 20 nanomètres

11 - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 10
caractérisée en ce qu'au moins 75% de la population desdits précipités se
15 trouve située en position intragranulaire

12 - Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid en acier austénitique
fer-carbone-manganèse selon lequel on approvisionne un acier dont la
composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

20 $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$

$15\% \leq Mn \leq 26\%$

$Si \leq 3\%$

$Al \leq 0,050\%$

$S \leq 0,030\%$

$P \leq 0,080\%$

$N \leq 0,1\%,$

25 au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène

$0,050\% \leq V \leq 0,50\%,$

$0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$

$0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$

$0,070\% \leq Cr \leq 2\%$

0,14% ≤ Mo ≤ 2%,

et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi

0,0005% ≤ B ≤ 0,003%

Ni ≤ 1%

Cu ≤ 5%,

5

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

10

- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier
- on porte ledit demi-produit à une température comprise entre 1100 et 1300°C,

15

- on lamine à chaud ledit demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 890°C,
- on bobine ladite tôle à une température inférieure à 580°C
- on lamine à froid ladite tôle

15

16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

30

31

32

33

34

35

36

37

38

39

40

41

42

43

44

45

46

47

48

49

50

51

52

53

54

55

56

57

58

59

60

61

62

63

64

65

66

67

68

69

70

71

72

73

74

75

76

77

78

79

80

81

82

83

84

85

86

87

88

89

90

91

92

93

94

95

96

97

98

99

100

101

102

103

104

105

106

107

108

109

110

111

112

113

114

115

116

117

118

119

120

121

122

123

124

125

126

127

128

129

130

131

132

133

134

135

136

137

138

139

140

141

142

143

144

145

146

147

148

149

150

151

152

153

154

155

156

157

158

159

160

161

162

163

164

165

166

167

168

169

170

171

172

173

174

175

176

177

178

179

180

181

182

183

184

185

186

187

188

189

190

191

192

193

194

195

196

197

198

199

200

201

202

203

204

205

206

207

208

209

210

211

212

213

214

215

216

217

218

219

220

221

222

223

224

225

226

227

228

229

230

231

232

233

234

235

236

237

238

239

240

241

242

243

244

245

246

247

248

249

250

251

252

253

254

255

256

257

258

259

260

261

262

263

264

265

266

267

268

269

270

271

272

273

274

275

276

277

278

279

280

281

282

283

284

285

286

287

288

289

290

291

292

293

294

295

296

297

298

299

300

301

302

303

304

305

306

307

308

309

310

311

312

313

314

315

316

317

318

319

320

321

322

323

324

325

326

327

328

329

330

331

332

333

334

335

336

337

338

339

340

341

342

343

344

345

346

347

348

349

350

351

352

353

354

355

356

357

358

359

360

361

362

363

364

365

366

367

368

369

370

371

372

373

374

375

376

377

378

379

380

381

382

383

384

385

386

387

388

389

390

391

392

393

394

395

396

397

398

399

400

401

402

403

404

405

406

407

408

409

410

411

412

413

414

415

416

417

418

419

420

421

422

423

424

425

426

427

428

429

430

431

432

433

434

435

436

437

438

439

440

441

442

443

444

445

446

447

448

449

450

451

452

453

454

455

456

457

458

459

460

461

462

463

464

465

466

467

468

469

470

471

472

473

474

475

476

477

478

479

480

481

482

483

484

485

486

487

488

489

490

491

492

493

494

495

496

497

498

499

500

501

502

503

504

505

506

507

508

509

510

511

512

513

514

515

516

517

518

519

520

521

522

523

524

525

526

527

528

529

530

531

532

533

534

535

536

537

538

539

540

541

542

543

544

545

546

547

548

549

550

551

552

553

554

555

556

557

558

559

550

551

552

553

554

555

556

557

558

559

560

561

562

563

564

565

566

567

568

569

560

561

562

563

564

565

566

567

568

569

570

571

572

573

574

575

576

577

578

579

570

571

572

573

574

575

576

577

578

579

580

581

582

583

584

585

586

587

588

589

580

581

582

583

584

585

586

587

588

589

590

591

592

593

594

595

596

597

598

599

590

591

592

593

594

595

596

597

598

599

600

601

602

603

604

605

606

607

608

609

600

601

602

603

604

605

606

607

608

609

610

611

612

613

614

615

616

617

618

619

610

611

612

613

614

615

616

617

618

619

620

621

622

623

624

625

626

627

628

629

620

621

622

623

624

625

626

627

628

629

630

631

632

633

634

635

636

637

638

639

630

631

632

633

634

635

636

637

638

639

640

641

642

643

644

645

646

647

648

649

640

641

642

643

644

645

646

647

648

649

650

651

652

653

654

655

656

657

658

659

650

651

652

653

654

655

656

657

658

659

660

661

662

663

664

665

666

667

668

669

660

661

662

663

664

665

666

667

668

669

670

671

672

673

674

675

676

677

678

679

670

671

672

673

674

675

676

677

678

679

680

681

682

683

684

685

686

687

688

689

680

681

682

683

684

685

686

687

688

689

690

691

692

693

694

695

696

697

698

699

690

691

692

693

694

695

696

697

698

699

700

701

702

703

704

705

706

707

708

709

700

701

702

703

704

705

706

707

708

709

710

711

712

713

714

715

716

717

718

719

710

711

712

713

714

715

716

717

718

719

720

721

722

723

724

725

726

727

728

729

720

721

722

723

724

725

726

727

728

729

730

731

732

733

734

735

736

737

738

739

730

731

732

733

734

735

736

737

738

739

740

741

742

743

744

745

746

747

748

749

740

741

742

743

744

745

746

747

748

749

750

751

752

753

754

755

756

757

758

759

750

751

752

753

754

755

756

757

758

759

760

761

762

763

764

765

766

767

768

769

760

761

762

763

764

765

766

767

768

769

770

771

772

773

774

775

776

777

778

779

770

771

772

773

774

775

776

777

778

779

780

781

782

783

784

785

786

787

788

789

780

781

782

783

784

785

786

787

788

789

790

791

792

793

794

795

796

797

798

799

790

791

792

793

794

795

796

797

798

799

800

801

802

803

804

805

806

807

808

809

800

801

802

803

804

805

806

807

808

809

810

811

812

813

814

815

816

817

818

819

810

811

812

813

814

815

816

817

818

819

820

821

822

823

824

825

826

827

828

829

820

821

822

823

824

825

826

827

828

829

830

831

832

833

834

835

836

837

838

839

830

831

832

833

834

835

836

837

838

839

840

841

842

843

844

845

846

847

848

849

840

841

842

843

844

845

846

847

848

849

850

851

852

853

854

855

856

857

858

859

850

851

852

853

854

855

856

857

858

859

860

861

862

863

864

865

866

867

868

869

860

861

862

863

864

865

866

867

868

869

870

871

872

873

874

875

876

877

878

879

870

871

872

873

874

875

876

877

878

879

880

881

882

883

884

885

886

887

888

889

880

881

882

883

884

885

886

887

888

889

890

891

892

893

894

895

896

897

898

899

890

891

892

893

894

895

896

897

898

899

900

901

902

903

904

905

906

907

908

909

900

901

902

903

904

905

906

907

908

909

910

911

912

913

914

915

916

917

918

919

910

911

912

913

914

915

916

917

918

919

920

921

922

923

924

925

926

927

928

929

920

921

922

923

924

925

926

927

928

929

930

931

932

933

934

935

936

937

938

939

930

931

932

933

934

935

936

937

938

939

940

941

942

943

944

945

946

<p

15 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, caractérisé en ce que les paramètres V_c , T_m , t_m , V_r , T_u , t_u sont ajustés de telle sorte qu'au moins 75% de la population desdits précipités après ledit recuit se trouve située en position intragranulaire

16 - Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid en acier fer-carbone-manganèse selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$, qu'on lamine à chaud ledit demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 950°C , qu'on bobine ladite tôle à une température inférieure à 500°C , qu'on lamine à froid ladite tôle avec un taux de réduction supérieur à 30%, qu'on effectue un traitement thermique de recuit avec une vitesse de chauffage V_c comprise entre 2 et 10°C/s , à une température T_m comprise entre 700 et 870°C pendant un temps compris entre 30 et 180 s, et qu'on refroidit ladite tôle à une vitesse comprise entre 10 et 50°C/s

17 – Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid selon la revendication 16, caractérisé en ce que la vitesse de chauffage V_c est comprise entre 3 et 7°C/s

18 - Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid selon l'une des revendications 16 ou 17, caractérisé en ce que la température de maintien T_m est comprise entre 720 et 850°C

19 - Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 12 à 18, caractérisé en ce que la coulée dudit demi-produit est effectuée sous forme de coulée de brames ou de bandes minces entre cylindres d'acier contra-rotatifs

20 Utilisation d'une tôle d'acier austénitique selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque

des revendications 12 à 19, pour la fabrication de pièces de structure, d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures, dans le domaine automobile.



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 660748
FR 0500637

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
E	FR 2 857 980 A (USINOR) 28 janvier 2005 (2005-01-28) * page 2; revendication 1; tableau 1 * -----	1-20	C22C38/04 C22C38/02 C21D8/022
X,D	FR 2 829 775 A (USINOR) 21 mars 2003 (2003-03-21) * page 4; revendication 5; tableau 1 * -----	1-20	
A	EP 1 067 203 A (USINOR) 10 janvier 2001 (2001-01-10) * page 2; revendication 2 * * page 10 * * page 17 * -----	1-20	
A	DANIELOU A. ET AL.: "Fatigue mechanisms in an interstitial free steel: analysis through the behaviour of UHP [alpha]-iron doped with C and Mn" MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING A, vol. A319-321, 27 août 2000 (2000-08-27), pages 550-554, XP002327724 ELSEVIER, SWITZERLAND * page 1 - page 2 * * alinéa [03.3] * -----	1-20	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) C22C
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, OXFORD, GB, vol. 8, no. 3-4, juin 2004 (2004-06), pages 285-303, XP004742054 ISSN: 1359-0286 * page 1 - page 2 * -----	1-20	
2		Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
EPO FORM 1503 12.99 (P04IC14)		11 mai 2005	Lombois, T
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0500637 FA 660748**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **11-05-2005**

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

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2857980	A	28-01-2005	FR WO	2857980 A1 2005019483 A1		28-01-2005 03-03-2005
FR 2829775	A	21-03-2003	FR EP WO	2829775 A1 1427866 A1 03025240 A1		21-03-2003 16-06-2004 27-03-2003
EP 1067203	A	10-01-2001	FR AT BR CA DE DE EP ES JP US	2796083 A1 260992 T 0002544 A 2314624 A1 60008641 D1 60008641 T2 1067203 A1 2215008 T3 2001049348 A 6358338 B1		12-01-2001 15-03-2004 13-03-2001 07-01-2001 08-04-2004 03-02-2005 10-01-2001 01-10-2004 20-02-2001 19-03-2002