



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2010/10/11
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2011/04/21
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2012/04/05
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2010/052140
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2011/045513
(30) Priorité/Priority: 2009/10/12 (FR0957108)

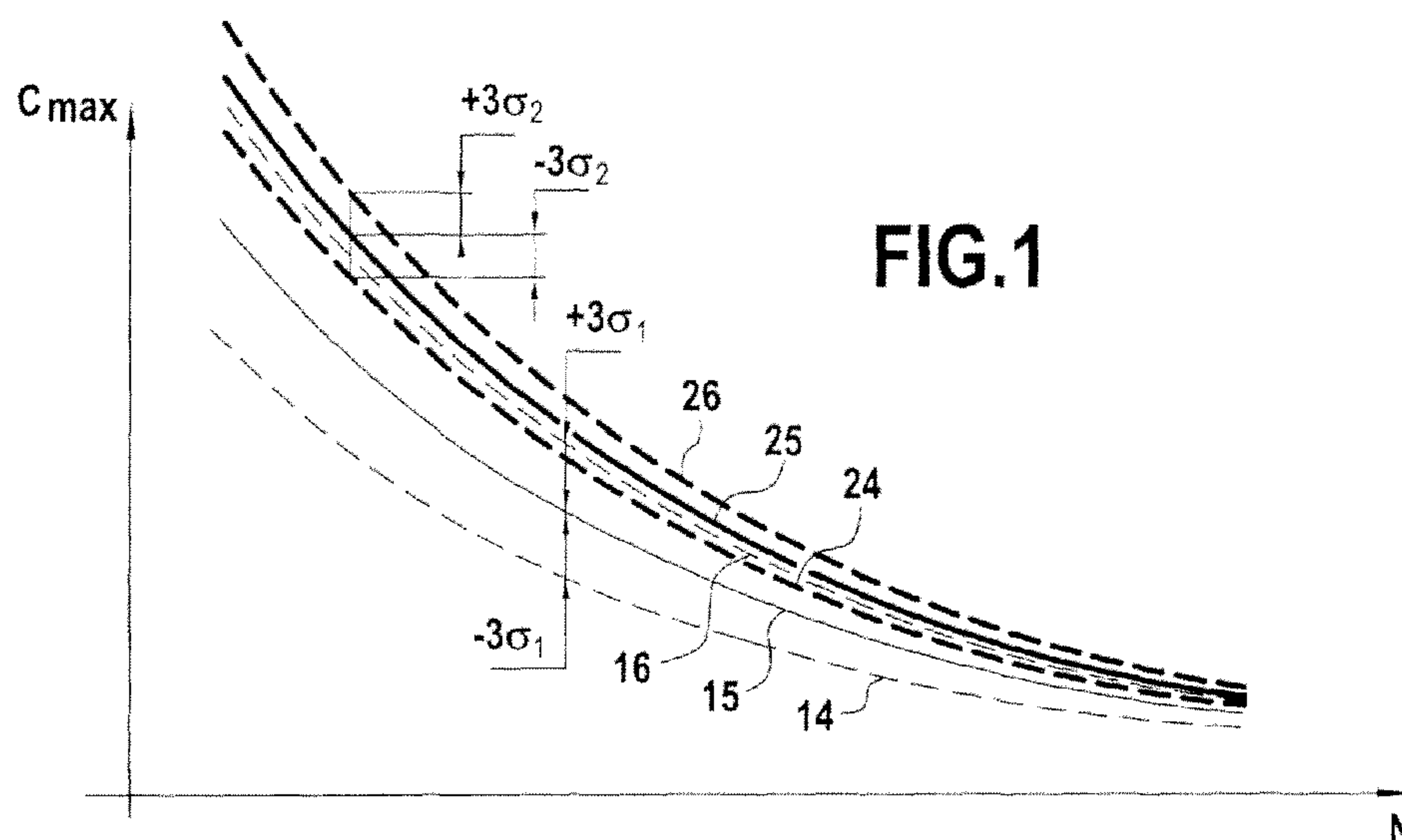
(51) Cl.Int./Int.Cl. *C21D 6/00* (2006.01),
C22B 9/18 (2006.01)

(71) Demandeur/Applicant:
SNECMA, FR

(72) Inventeurs/Inventors:
FERRER, LAURENT, FR;
PHILIPSON, PATRICK, FR

(74) Agent: GOUDREAU GAGE DUBUC

(54) Titre : HOMOGENEISATION D'ACIERS MARTENSITIQUES INOXYDABLES APRES REFUSION SOUS LAITIER
(54) Title: HOMOGENIZATION OF MARTENSITIC STAINLESS STEEL AFTER REMELTING UNDER A LAYER OF
SLAG



(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable comportant une étape de refusion sous laitier d'un lingot de cet acier puis une étape de refroidissement de ce lingot. Le lingot issu de la refusion sous laitier est, avant que la température de peau de ce lingot soit inférieure à la température de transformation martensitique M_s de l'acier, placé dans un four dont la température initiale T_0 est alors supérieure à la température de fin de transformation perlitique en refroidissement Ar_1 de cet acier, le lingot étant soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant au moins un temps de maintien t après que la température du point le plus froid du lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps de maintien t étant égal à au moins une heure, et la température d'homogénéisation T variant entre environ 900°C et la température de brûlure de l'acier.

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2011/045513 A1

(43) Date de la publication internationale
21 avril 2011 (21.04.2011)

(51) Classification internationale des brevets :
C21D 6/00 (2006.01) **C22B 9/18** (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2010/052140

(22) Date de dépôt international :
11 octobre 2010 (11.10.2010)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0957108 12 octobre 2009 (12.10.2009) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
SNECMA [FR/FR]; 2 Boulevard du Général Martial
Valin, F-75015 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **FERRER,**
Laurent [FR/FR]; 33 rue Alfroy, F-77125 Lieusaint (FR).
PHILIPSON, Patrick [FR/FR]; 56 rue de la République,
F-77590 Boi Le Roi (FR).

(74) Mandataires : **CARDY, Sophie** et al.; Cabinet Beau De
Lomenie, 158 Rue de l'Université, F-75340 Paris Cedex
07 (FR).

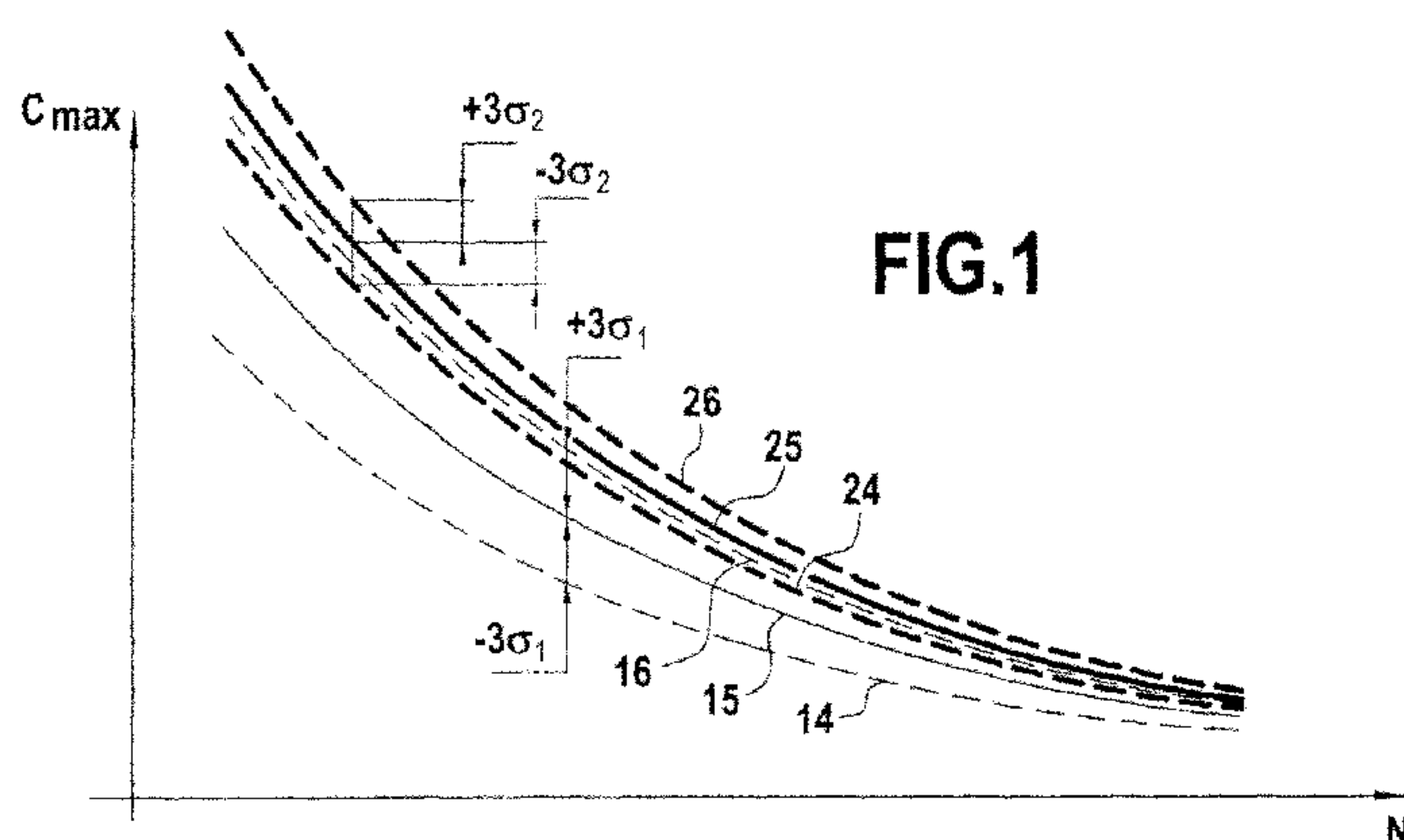
(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,
CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,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

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

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : **HOMOGENIZATION OF MARTENSITIC STAINLESS STEEL AFTER REMELTING UNDER A LAYER OF SLAG**

(54) Titre : **HOMOGENEISATION D'ACIERS MARTENSITIQUES INOXYDABLES APRES REFUSION SOUS LAITIER**



(57) Abstract : The present invention relates to a method for producing a martensitic stainless steel that includes a step in which an ingot of the steel is remelted under a layer of slag, followed by a step in which the ingot is cooled. Before the skin temperature of the ingot resulting from the slag remelting step drops below the martensitic transformation temperature M_s of the steel, the ingot is placed in a furnace, the initial temperature T_0 of which is then above the cooling-induced pearlite transformation finish temperature A_{r1} of the steel. In the furnace, the ingot is subjected to a homogenization treatment at least for a holding time t after the temperature of the coolest point in the ingot has reached a homogenization temperature T , said holding time t being equal to at least one hour and the homogenization temperature T varying between approximately 900°C and the burning temperature of the steel.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

WO 2011/045513 A1



Publiée :

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

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable comportant une étape de refusion sous laitier d'un lingot de cet acier puis une étape de refroidissement de ce lingot. Le lingot issu de la refusion sous laitier est, avant que la température de peau de ce lingot soit inférieure à la température de transformation martensitique M_s de l'acier, placé dans un four dont la température initiale T_0 est alors supérieure à la température de fin de transformation perlitique en refroidissement Ar_1 de cet acier, le lingot étant soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant au moins un temps de maintien t après que la température du point le plus froid du lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps de maintien t étant égal à au moins une heure, et la température d'homogénéisation T variant entre environ 900°C et la température de brûlure de l'acier.

HOMOGENEISATION D'ACIERS MARTENSITIQUES INOXYDABLES APRES REFUSION SOUS LAITIER

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier
5 martensitique inoxydable comportant une étape de refusion sous laitier
d'un lingot de cet acier puis une étape de refroidissement de ce lingot.

Dans la présente invention, les pourcentages de composition sont
des pourcentages massiques, à moins qu'il en soit précisé autrement.

Un acier martensitique inoxydable est un acier dont la teneur en
10 chrome est supérieure à 10,5%, et dont la structure est essentiellement
martensitique.

Il est important que la tenue en fatigue d'un tel acier soit la plus
élevée possible, afin que la durée de vie de pièces élaborées à partir de
cet acier soit maximale.

15 Pour cela, on cherche à augmenter la propreté inclusionnaire de
l'acier, c'est-à-dire à diminuer la quantité d'inclusions indésirables
(certaines phases alliées, oxydes, carbures, composés intermétalliques)
présentes dans l'acier. En effet, ces inclusions agissent comme des sites
d'amorces de fissures qui conduisent, sous sollicitation cyclique, à une
20 ruine prématurée de l'acier.

Expérimentalement, on observe une dispersion importante des
résultats d'essais en fatigue sur des éprouvettes de test de cet acier, c'est-
à-dire que pour chaque niveau de sollicitation en fatigue à déformation
imposée, la durée de vie (correspondant au nombre de cycles conduisant
25 à la rupture d'une éprouvette de fatigue dans cet acier) varie sur une
plage large. Les inclusions sont responsables des valeurs minimales, dans
le sens statistique, de durée de vie en fatigue de l'acier (valeurs basses de
la plage).

Pour diminuer cette dispersion de la tenue en fatigue, c'est-à-dire
30 remonter ces valeurs basses, et également augmenter sa valeur moyenne
en tenue à la fatigue, il est nécessaire d'augmenter la propreté
inclusionnaire de l'acier. On connaît la technique de refusion sous laitier,
ou ESR (Electro Slag Refusion). Dans cette technique, on place le lingot en
acier dans un creuset dans lequel on a versé un laitier (mélange minéral,
35 par exemple chaux, fluorures, magnésie, alumine, spath) de telle sorte
que l'extrémité inférieure du lingot trempe dans le laitier. Puis on fait

passer un courant électrique dans le lingot, qui sert d'électrode. Ce courant est suffisamment élevé pour chauffer et liquéfier le laitier et pour chauffer l'extrémité inférieure de l'électrode d'acier. L'extrémité inférieure de cette électrode étant en contact avec le laitier, fond et traverse le laitier sous forme de fines gouttelettes, pour se solidifier en dessous de la couche de laitier qui surnage, en un nouveau lingot qui croît ainsi progressivement. Le laitier agit, entre autres comme un filtre qui extrait les inclusions des gouttelettes d'acier, de telle sorte que l'acier de ce nouveau lingot situé en dessous de la couche de laitier contient moins d'inclusions que le lingot initial (électrode). Cette opération s'effectue à la pression atmosphérique et à l'air.

Bien que la technique de l'ESR permette de réduire la dispersion de la tenue en fatigue dans le cas des aciers martensitiques inoxydables par élimination des inclusions, cette dispersion en terme de durée de vie des pièces reste néanmoins encore trop importante.

Des contrôles non-destructifs par ultrasons, effectués par les inventeurs, ont montré que ces aciers ne comportaient pratiquement pas de défauts hydrogènes connus (flocons).

La dispersion des résultats de tenue en fatigue, spécifiquement les valeurs basses de la plage de résultats, est donc due à un autre mécanisme indésirable d'amorçage prématuré de fissures dans l'acier, qui conduit à sa rupture prématurée en fatigue.

La présente invention vise à proposer un procédé de fabrication qui permette de remonter ces valeurs basses, et donc de réduire la dispersion de la tenue en fatigue des aciers martensitiques inoxydables, et également d'augmenter sa valeur moyenne en tenue à la fatigue.

Ce but est atteint grâce au fait que le lingot issu de la refusion sous laitier est, avant que la température de peau de ce lingot soit inférieure à la température de transformation martensitique M_s de l'acier, placé dans un four dont la température initiale T_0 est alors supérieure à la température de fin de transformation perlitique en refroidissement Ar_1 dudit acier, ce lingot étant soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant au moins un temps de maintien t après que la température du point le plus froid du lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps de maintien t étant égal à au moins une

heure, et la température d'homogénéisation T variant entre environ 900°C et la température de brûlure de l'acier.

Grâce à ces dispositions, on diminue la formation de phases gazeuses de taille microscopique (non détectables par les moyens de
5 contrôle non destructifs industriels) et constituées d'éléments légers au sein de l'acier, et on évite donc l'amorce prématurée de fissures à partir de ces phases microscopiques qui conduit à la ruine prématurée de l'acier en fatigue.

L'invention sera bien comprise et ses avantages apparaîtront mieux,
10 à la lecture de la description détaillée qui suit, d'un mode de réalisation représenté à titre d'exemple non limitatif. La description se réfère aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 compare des courbes de durée de vie en fatigue pour un acier selon l'invention et un acier selon l'art antérieur,
- 15 – la figure 2 montre une courbe de sollicitation en fatigue,
- la figure 3 est un schéma illustrant les dendrites et les régions interdendritiques,
- la figure 4 est une photographie prise au microscope électronique d'une surface de fracture après fatigue, montrant la phase
20 gazeuse ayant initié cette fracture.
- la figure 5 montre schématiquement des courbes de refroidissement sur un diagramme temps-température pour une région plus riche en éléments alphagènes et moins riche en élément gammagènes,
- 25 – la figure 6 montre schématiquement des courbes de refroidissement sur un diagramme temps-température pour une région moins riche en éléments alphagènes et plus riche en élément gammagènes.

Au cours du processus d'ESR, l'acier qui a été filtré par le laitier se
30 refroidit et se solidifie progressivement pour former un lingot. Cette solidification intervient pendant le refroidissement et s'effectue par croissance de dendrites 10, comme illustré en figure 3. En accord avec le diagramme de phases des aciers martensitiques inoxydables, les dendrites 10, correspondant aux premiers grains solidifiés sont par définition plus
35 riches en éléments alphagènes tandis que les régions interdendritiques 20 sont plus riches en éléments gammagènes (application de la règle connue

des segments sur le diagramme de phases). Un élément alphagène est un élément qui favorise une structure de type ferritique (structures plus stables à basse température : bainite, ferrite-perlite, martensite). Un élément gammagène est un élément qui favorise une structure austénitique (structure stable à haute température). Il se produit donc une ségrégation entre dendrites 10 et régions interdendritiques 20.

Cette ségrégation locale de composition chimique se conserve ensuite tout le long de la fabrication, même pendant les opérations ultérieures de mise en forme à chaud. Cette ségrégation se retrouve donc aussi bien sur le lingot brut de solidification que sur le lingot déformé ultérieurement.

Les inventeurs ont pu montrer que les résultats dépendent du diamètre du lingot issu directement du creuset ESR ou du lingot après déformation à chaud. Cette observation peut s'expliquer par le fait que les vitesses de refroidissement décroissent avec un diamètre croissant. Les figures 5 et 6 illustrent différents scénarii qui peuvent se produire.

La figure 5 est un diagramme température (T) – temps (t) connu pour une région plus riche en éléments alphagènes et moins riche en éléments gammagènes, telle que les dendrites 10. Les courbes D et F marquent le début et la fin de la transformation d'austénite (région A) en structure ferrito-perlitique (région FP). Cette transformation s'effectue, partiellement ou pleinement, lorsque la courbe de refroidissement que suit le lingot passe respectivement dans la région entre les courbes D et F ou dans la région FP. Elle ne s'effectue pas lorsque la courbe de refroidissement se situe entièrement dans la région A.

La figure 6 est un diagramme équivalent pour une région plus riche en éléments gammagènes et moins riche en éléments alphagènes, telle que les régions interdendritiques 20. On note que par rapport à la figure 5, les courbes D et F sont décalées vers la droite, c'est-à-dire qu'il faudra refroidir plus lentement le lingot pour obtenir une structure ferrito-perlitique.

Chacune des figures 5 et 6 montre trois courbes de refroidissement depuis une température austénitique, correspondant à trois vitesses de refroidissement : rapide (courbe C1), moyenne (courbe C2), lente (courbe C3).

Au cours du refroidissement, la température commence à décroître depuis une température austénitique. A l'air, pour les diamètres concernés dans notre cas, les vitesses de refroidissement de la surface et du cœur du lingot sont très proches. La seule différence vient du fait que la température en surface est plus faible que celle du cœur car la surface a été la première à se refroidir par rapport au cœur.

Dans le cas des refroidissements plus rapide qu'un refroidissement rapide (courbe C1) (figures 5 et 6), les transformations ferrito-perlitiques ne se font pas.

10 Dans le cas d'un refroidissement rapide selon la courbe C1, les transformations ne sont que partielles, uniquement dans les dendrites (Figure 5).

15 Dans le cas d'un refroidissement moyen selon la courbe C2, les transformations ne sont que partielles dans les espaces interdendritiques 20 (Figure 6) et quasi-complètes dans les dendrites 10 (Figure 5).

Dans le cas d'un refroidissement lent selon la courbe C3 et de refroidissements encore plus lents, les transformations sont quasiment complètes à la fois dans les espaces interdendritiques 20 et dans les dendrites 10.

20 Dans le cas de refroidissements rapide (C1) ou moyen (C2), il y a cohabitation plus ou moins marquée entre des régions ferritiques et des régions austénitiques.

25 En effet, une fois la matière solidifiée, les dendrites 10 se transforment en premier en structures ferritiques au cours du refroidissement (en traversant les courbes D et F de la figure 5). Tandis que les régions interdendritiques 20 soit ne se transforment pas (cas du refroidissement rapide selon la courbe C1) soit se transforment ultérieurement, en tout ou partie (cas des refroidissements moyen selon la courbe C2 ou lent selon la courbe C3), à des températures inférieures (voir figure 6).

30 Les régions interdendritiques 20 conservent donc plus longtemps une structure austénitique.

Durant ce refroidissement à l'état solide, localement, il y a une hétérogénéité structurale avec cohabitation de microstructure austénitique et de type ferritique. Dans ces conditions, les éléments légers (H, N, O), qui sont davantage solubles dans l'austénite que dans les structures

ferritiques, ont donc tendance à se concentrer dans les régions interdendritiques 20. Cette concentration est augmentée par la teneur plus élevée en éléments gammagènes dans les régions interdendritiques 20. Aux températures inférieures à 300°C, les éléments légers ne diffusent plus qu'à des vitesses extrêmement faibles et restent piégés dans leur région. Après transformation en structure ferritique, totale à partielle, des zones interdendritiques 20, la limite de solubilité de ces phases gazeuses est atteinte dans certaines conditions de concentration et ces phases gazeuses forment des poches de gaz (ou d'une substance dans un état physique permettant une grande malléabilité et incompressibilité).

Pendant la phase de refroidissement, plus le lingot en sortie d'ESR (ou le lingot ultérieurement déformé) a un diamètre important (ou, plus généralement, plus la dimension maximale du lingot est importante) ou plus la vitesse de refroidissement du lingot est faible, plus les éléments légers sont aptes à diffuser des dendrites 10 de structure ferritique vers les régions interdendritiques 20 de structure tout ou partie austénitique et à s'y concentrer pendant la période de cohabitation des structures ferritiques et austénitiques. Le risque que la solubilité en ces éléments légers soit dépassée localement dans les régions interdendritiques est accentué. Lorsque la concentration en éléments légers dépasse cette solubilité, il apparaît alors au sein de l'acier des poches gazeuses microscopiques contenant ces éléments légers.

De plus, durant la fin de refroidissement, l'austénite des régions interdendritiques a tendance à se transformer localement en martensite lorsque la température de l'acier passe en dessous de la température de transformation martensitique M_s , qui se situe légèrement au dessus de la température ambiante (Figures 5 et 6). Or la martensite a un seuil de solubilité en éléments légers encore plus faible que les autres structures métallurgiques et que l'austénite. Il apparaît donc davantage de phases gazeuses microscopiques au sein de l'acier durant cette transformation martensitique.

Au cours des déformations ultérieures que subit l'acier durant des mises en forme à chaud (par exemple forgeage), ces phases s'aplatissent en forme de feuille.

Sous une sollicitation en fatigue, ces feuilles agissent comme des sites de concentration de contraintes, qui sont responsables de l'amorce

prématurée de fissures en réduisant l'énergie nécessaire à l'amorçage de fissures. Il se produit ainsi une ruine prématurée de l'acier, qui correspond aux valeurs basses des résultats de tenue en fatigue.

5 Ces conclusions sont corroborées par les observations des inventeurs, comme le montre la photographie au microscope électronique de la figure 4.

10 Sur cette photographie d'une surface de fracture d'un acier martensitique inoxydable, on distingue une zone sensiblement globulaire P d'où rayonnent des fissures F. Cette zone P est l'empreinte de la phase gazeuse constituée des éléments légers, et qui est à l'origine de la formation de ces fissures F qui, en se propageant et en s'agglomérant, ont créé une zone de fracture macroscopique.

15 Les inventeurs ont réalisé des essais sur des aciers martensitiques inoxydables, et ont trouvé que lorsqu'on réalise, immédiatement après l'étape d'ESR, un traitement d'homogénéisation particulier sur le lingot sorti du creuset d'ESR, on diminue la formation de phases gazeuses d'éléments légers.

20 En effet, par diffusion des éléments d'alliage des zones à forte concentration vers les zones à faible concentration, on permet une réduction de l'intensité des ségrégations en éléments alphagènes dans les dendrites 10, et une réduction de l'intensité des ségrégations en éléments gammagènes dans les régions interdendritiques 20. La réduction de l'intensité des ségrégations en ces éléments gammagènes a les conséquences suivantes : un moindre décalage vers la droite des courbes 25 D et F de transformation en structure ferrito-perlitique (Figure 6), une moindre différence structurale entre les dendrites 10 et les régions interdendritiques 20, et une moindre différence de solubilité en éléments légers (H, N, O) entre les dendrites et les régions interdendritiques, permettant une meilleure homogénéité en terme de structure (moins de 30 cohabitation de structures austénitiques et ferritiques) et de composition chimique y compris les éléments légers.

En outre, le traitement d'homogénéisation entraîne aussi une homogénéisation de la température de transformation martensitique Ms.

35 Quand la température de l'acier est à une température supérieure à 300°C, la diffusion des éléments d'alliage est loin d'être négligeable. De plus, si le gradient de température permet d'avoir une surface plus chaude

que le centre du lingot, ce que les conditions de reprise proposées par les inventeurs permettent, les éléments légers diffusent vers la surface, ce qui réduit leur teneur globale dans l'acier.

En ce qui concerne les particularités du traitement
5 d'homogénéisation, les inventeurs ont trouvé que des résultats satisfaisants sont obtenus lorsque le lingot est soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant un temps de maintien t après que la température du point le plus froid de ce lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps t étant égal à au moins une
10 heure, et la température d'homogénéisation T variant entre une température $T_{\min}$ et la température de brûlure de cet acier.

La température $T_{\min}$ est environ égale à 900°C. La température de brûlure d'un acier est définie comme la température à l'état brut de solidification à laquelle les joints de grains dans l'acier se transforment
15 (voire se liquéfient), et est supérieure à $T_{\min}$. Ce temps t de maintien de l'acier dans le four varie donc inversement à cette température d'homogénéisation T .

Par exemple, dans le cas d'un acier martensitique inoxydable Z12CNDV12 (norme AFNOR) utilisé par les inventeurs dans les essais, la
20 température d'homogénéisation T est 950°C, et le temps de maintien t correspondant est égal à 70 heures. Lorsque la température d'homogénéisation T est de 1250°C qui est légèrement inférieure à la température de brûlure, alors le temps de maintien t correspondant est égal à 10 heures.

25 Par exemple, la température d'homogénéisation T est choisie dans une plage choisie dans le groupe comprenant les plages suivantes : 950°C à 1270°C, 980°C à 1250°C, 1000°C à 1200°C.

Par exemple, le temps de maintien minimal t est choisie dans une plage choisie dans le groupe comprenant les plages suivantes : 1 heure à
30 70 heures, 10 heures à 30 heures, 30 heures à 150 heures.

Par ailleurs, les inventeurs ont trouvé que des résultats satisfaisants sont obtenus lorsque le lingot en sortie du creuset d'ESR est placé dans un four dont la température initiale T_0 est supérieure à la température de fin de transformation perlitique en refroidissement Ar_1 de cet acier, et lorsque
35 la température de peau de ce lingot reste supérieure à la température de transformation martensitique Ms de cet acier.

Dans le cas où la température initiale T_0 du four est inférieure à la température d'homogénéisation T , la température du four est, après que le lingot ait été placé dans ce four, augmentée jusqu'à une température au moins égale à la température d'homogénéisation. Ainsi, pendant cette remontée en température, on tend vers une structure austénitique homogène, ceci afin d'homogénéiser la teneur en hydrogène, et on tend vers un gradient croissant de température du centre de la pièce vers la surface. La température au centre du lingot reste donc plus faible que la température de peau du lingot pendant toute la remontée en température.

On permet ainsi un dégazage global et plus efficace du lingot.

Alternativement, la température initiale T_0 du four peut être supérieure à la température d'homogénéisation, auquel cas la température du four est simplement maintenue au dessus de cette température d'homogénéisation.

Les inventeurs ont constaté que le traitement d'homogénéisation était spécialement nécessaire lorsque :

- La dimension maximale du lingot est inférieure à environ 910 mm, et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 10 ppm, et
- La dimension maximale du lingot est supérieure à environ 910 mm et la dimension minimale du lingot est inférieure à environ 1500 mm, et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 3 ppm, et
- La dimension minimale du lingot est supérieure à 1500 mm et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 10 ppm.

La dimension maximale du lingot est celle des mesures dans sa partie la plus massive, et la dimension minimale du lingot est celle des mesures dans sa partie la moins massive :

- immédiatement après refusion sous laitier lorsque le lingot ne subit pas de mise en forme à chaud avant son refroidissement ultérieur.
- Lorsque le lingot subit une mise en forme à chaud après refusion sous laitier, juste avant son refroidissement ultérieur.

Comme indiqué ci-dessus, les inventeurs ont constaté que les concentrations en éléments légers peuvent être plus importantes (supérieures à 10 ppm) quand la dimension minimale du lingot ou du lingot déformé est supérieure à un seuil important de dimension (en l'espèce 1500 mm). L'explication de l'existence d'un seuil élevé (1500 mm) pour la dimension minimale du lingot est la suivante : lorsque la dimension minimale du lingot est supérieure à ce seuil, on se rapproche du cas du refroidissement lent (courbe C3) dans lequel il n'y a quasiment plus de différence structurale entre les dendrites et les régions interdendritiques au cours du refroidissement. De plus, la vitesse de refroidissement est suffisamment faible pour que la température soit sensiblement homogène entre le cœur la peau du lingot, donc pour que la diffusion des éléments légers vers la surface soit facilitée, ce qui permet un dégazage plus important. En revanche, lorsque la dimension minimale du lingot est inférieure à ce seuil, le cœur du lingot est, pendant le refroidissement, nettement plus chaud que sa surface, ce qui privilégie une diffusion des éléments légers vers le cœur et freine le dégazage.

Par ailleurs, il est préférable que le laitier soit préalablement déshydraté avant son utilisation dans le creuset d'ESR, car on minimise ainsi la quantité d'hydrogène présente dans le laitier, et donc on minimise la quantité d'hydrogène qui pourrait passer du laitier au lingot durant le procédé d'ESR.

Les inventeurs ont réalisés des essais sur des aciers Z12CNDV12 élaborés avec le procédé selon l'invention, c'est-à-dire avec une homogénéisation effectuée immédiatement après la sortie du lingot du creuset d'ESR selon les paramètres suivants :

Essai n°1 : Température en peau du lingot à 250°C, mise au four à 400°C, montée du four à la température d'homogénéisation de 1250°C, maintien métallurgique (dès que la température la plus froide du lingot atteint la température d'homogénéisation) de 75h, refroidissement jusqu'à la température ambiante.

Essai n°2 : Température en peau du lingot à 600°C, mise au four à 450°C, montée du four à la température d'homogénéisation de 1000°C, maintien métallurgique (dès que la température la plus froide du lingot atteint la température d'homogénéisation) de 120h, refroidissement jusqu'à la température ambiante.

Les résultats de ces essais sont présentés ci-dessous.

La composition des aciers Z12CNDV12 est la suivante (norme DMD0242-20 indice E) :

5 C (0,10 à 0,17%) - Si (<0,30%) - Mn (0,5 à 0,9%) - Cr (11 à 12,5%)
 - Ni (2 à 3%) - Mo (1,50 à 2,00%) - V (0,25 à 0,40%) - N₂ (0,010 à 0,050%) - Cu (<0,5%) - S (<0,015%) - P (<0,025%) et satisfaisant le critère $4,5 \leq (Cr - 40.C - 2.Mn - 4.Ni + 6.Si + 4.Mo + 11.V - 30.N) < 9$

La température de transformation martensitique Ms mesurée est 220°C.

10 La quantité d'Hydrogène mesurée sur les lingots avant refusion sous laitier varie de 3,5 à 8,5ppm.

La figure 1 montre qualitativement les améliorations apportées par le procédé selon l'invention. On obtient expérimentalement la valeur du nombre N de cycles à rupture nécessaire pour rompre une éprouvette en
 15 acier soumise à une sollicitation cyclique en traction en fonction de la pseudo contrainte alternée C (il s'agit de la contrainte subie par l'éprouvette sous déformation imposée, selon la norme DMC0401 de Snecma utilisée pour ces essais).

Une telle sollicitation cyclique est représentée schématiquement en
 20 figure 2. La période T représente un cycle. La contrainte évolue entre une valeur maximale C_{max} et une valeur minimale C_{min}.

En testant en fatigue un nombre statistiquement suffisant d'éprouvettes, les inventeurs ont obtenu des points N=f(C) à partir desquels ils ont tracé une courbe statistique moyenne C-N (contrainte C
 25 en fonction du nombre N de cycles de fatigue). Les écarts types sur les contraintes sont ensuite calculés pour un nombre de cycle donné.

Sur la figure 1, la première courbe 15 (en trait fin) est (schématiquement) la courbe moyenne obtenue pour un acier élaboré selon l'art antérieur. Cette première courbe moyenne C-N est entourée par
 30 deux courbes 16 et 14 en trait fin pointillé. Ces courbes 16 et 14 sont situées respectivement à une distance de $+3\sigma_1$ et $-3\sigma_1$ de la première courbe 15, σ_1 étant l'écart-type de la distribution des points expérimentaux obtenus lors de ces essais en fatigue, et $\pm 3\sigma_1$ correspond en statistique à un intervalle de confiance de 99,7%. La distance entre ces
 35 deux courbes 14 et 16 en trait pointillé est donc une mesure de la

dispersion des résultats. La courbe 14 est le facteur limitant pour le dimensionnement d'une pièce.

Sur la figure 1, la deuxième courbe 25 (en trait épais) est (schématiquement) la courbe moyenne obtenue à partir des résultats d'essais en fatigue effectués sur un acier élaboré selon l'invention sous une sollicitation selon la figure 2. Cette deuxième courbe moyenne C-N est entourée par deux courbes 26 et 24 en trait épais pointillé, situées respectivement à une distance de $+3\sigma_2$ et $-3\sigma_2$ de la deuxième courbe 25, σ_2 étant l'écart-type de la distribution des points expérimentaux obtenus lors de ces essais en fatigue. La courbe 24 est le facteur limitant pour le dimensionnement d'une pièce.

On note que la deuxième courbe 25 est située au dessus de la première courbe 15, ce qui signifie que sous une sollicitation en fatigue à un niveau de contrainte C, les éprouvettes en acier élaboré selon l'invention se rompent en moyenne à un nombre N de cycles plus élevé que celui où les éprouvettes en acier selon l'art antérieur se rompent.

De plus, la distance entre les deux courbes 26 et 24 en trait épais pointillé est plus faible que la distance entre les deux courbes 16 et 14 en trait fin pointillé, ce qui signifie que la dispersion en tenue à la fatigue de l'acier élaboré selon l'invention est plus faible que celle d'un acier selon l'art antérieur.

La figure 1 illustre les résultats expérimentaux résumés dans le tableau 1 ci-dessous.

Le tableau 1 donne les résultats pour une sollicitation en fatigue oligocyclique selon la figure 2 avec une contrainte C_{min} nulle, à une température de 250°C, à $N = 20\ 000$ cycles, et $N = 50\ 000$ cycles. Une fatigue oligocyclique signifie que la fréquence de sollicitation est de l'ordre de 1 Hz (la fréquence étant définie comme le nombre de périodes T par seconde).

Tableau 1

Conditions d'essai en fatigue oligocyclique		Acier selon l'art antérieur		Acier élaboré selon l'invention	
N	Température	C_{min}	Dispersion	C_{min}	Dispersion
$2 \cdot 10^5$	200°C	100%=M	120% M	130% M	44% M

$5 \cdot 10^4$	400°C	100%=M	143% M	130% M	90% M
----------------	-------	--------	--------	--------	-------

On note que pour une valeur donnée du nombre N de cycles, la valeur minimale de contrainte en fatigue nécessaire pour rompre un acier selon l'invention est supérieure à la valeur minimale M de contrainte en fatigue (fixée à 100%) nécessaire pour rompre un acier selon l'art antérieur. La dispersion ($=6 \sigma$) des résultats à ce nombre N de cycles pour un acier selon l'invention est inférieure à la dispersion des résultats pour un acier selon l'art antérieur (dispersions exprimées en pourcentage de la valeur minimale M).

Avantageusement, la teneur en carbone de l'acier martensitique inoxydable est inférieure à la teneur en carbone en dessous de laquelle l'acier est hypoeutectoïde, par exemple une teneur de 0,49%. En effet, une telle teneur faible en carbone permet une meilleure diffusion des éléments d'alliage et un abaissement des températures de remise en solution des carbures primaires ou nobles, ce qui entraîne une meilleure homogénéisation.

Par exemple, l'acier martensitique a, avant sa refusion sous laitier, été élaboré à l'air.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable comportant une étape de refusion sous laitier d'un lingot dudit acier puis
5 une étape de refroidissement dudit lingot, caractérisé en ce que le lingot issu de la refusion sous laitier est, avant que la température de peau dudit lingot soit inférieure à la température de transformation martensitique M_s dudit acier, placé dans un four dont la température initiale T_0 est alors supérieure à la température de fin de transformation perlitique en
10 refroidissement Ar_1 dudit acier, ledit lingot étant soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant au moins un temps de maintien t après que la température du point le plus froid dudit lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps de maintien t étant égal à au moins une heure, et la température d'homogénéisation T variant entre
15 environ 900°C et la température de brûlure dudit acier.

2. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite température initiale T_0 du four est inférieure à ladite température d'homogénéisation T , la température du four étant augmentée depuis sa température initiale T_0
20 jusqu'à une température au moins égale à la température d'homogénéisation T .

3. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température d'homogénéisation T appartient à une plage choisie dans le groupe
25 comprenant les plages suivantes : 950°C à 1270°C, 980°C à 1250°C, 1000°C à 1200°C.

4. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que temps de maintien t minimal appartient à une plage choisie dans le groupe comprenant les
30 plages suivantes : 1 heure à 70 heures, 10 heures à 30 heures, 30 heures à 150 heures.

5. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1, caractérisé en ce que le laitier utilisé dans ladite étape de refusion a été préalablement déshydraté.

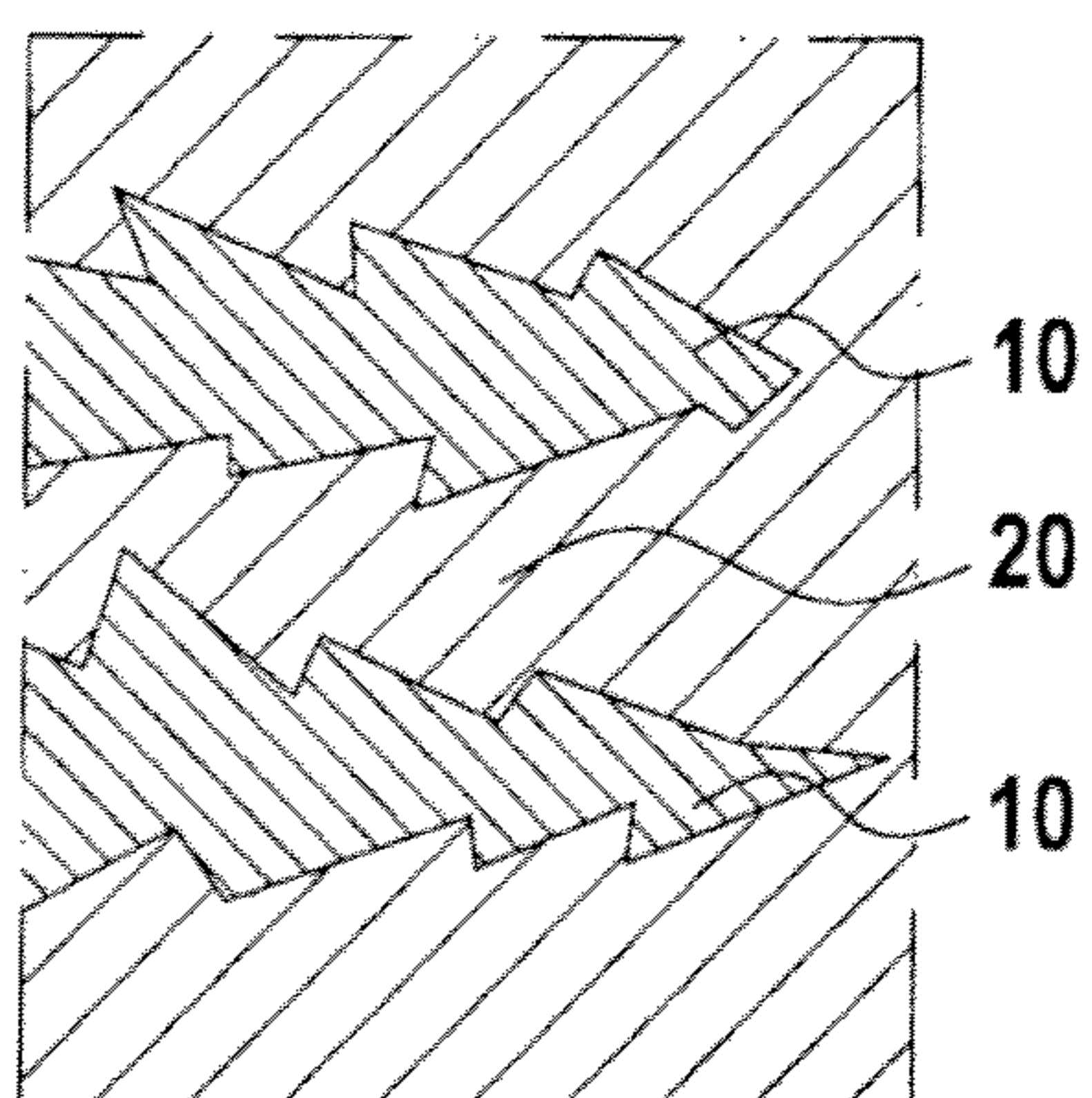
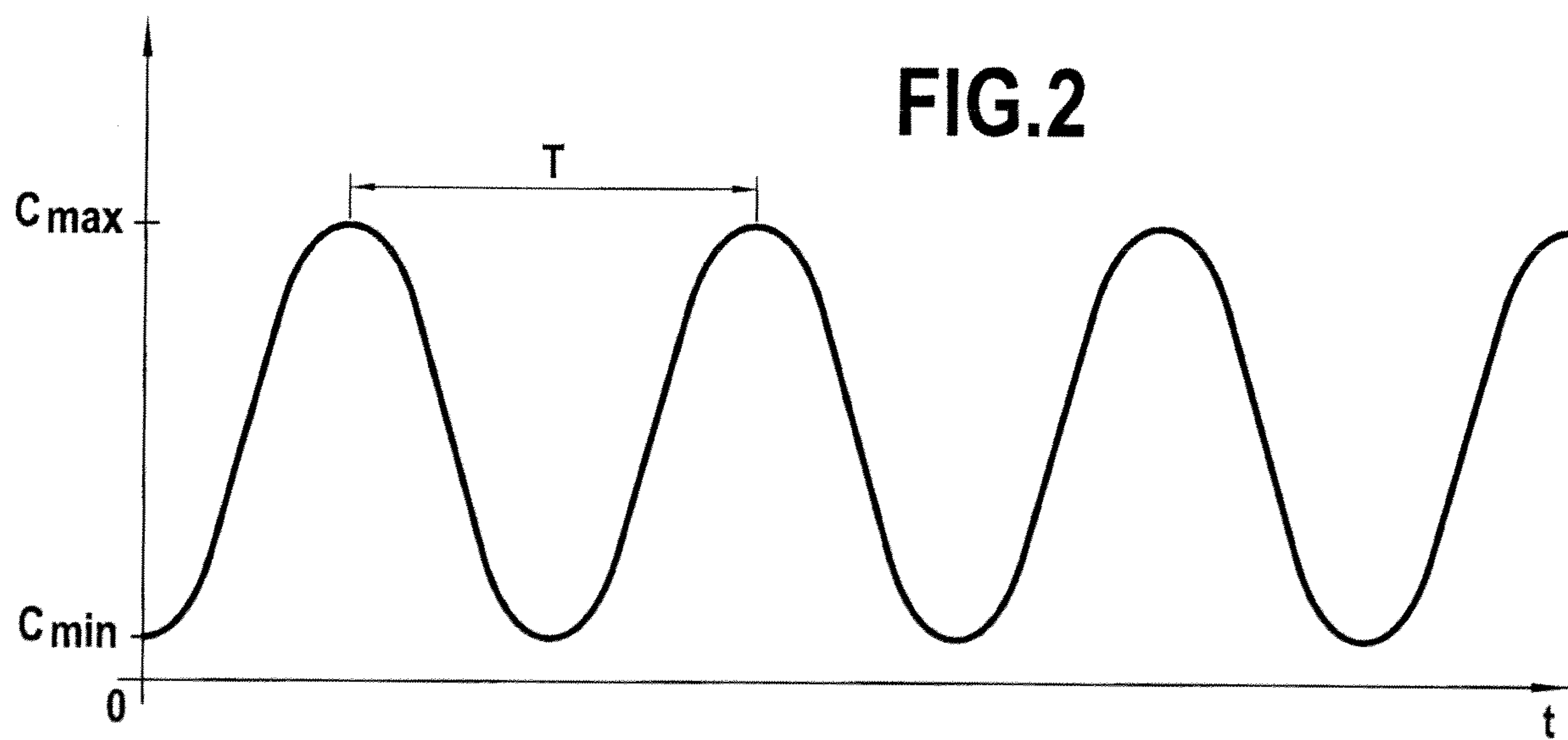
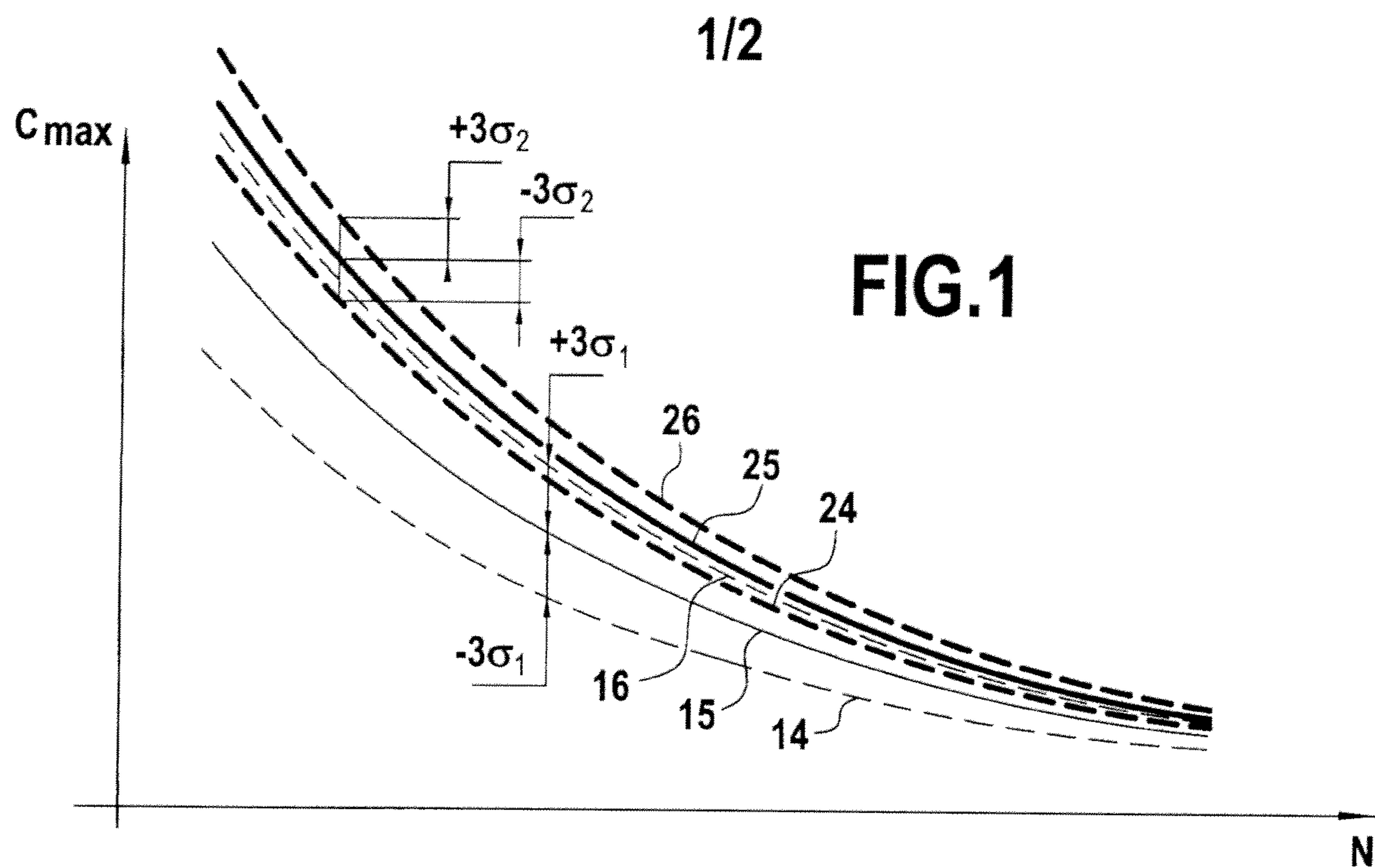
35 6. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit temps de

maintien t varie inversement à la variation de ladite température d'homogénéisation T .

7. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il est effectué sur ledit acier dans l'un des cas suivants :

- 5 – La dimension maximale dudit lingot avant refroidissement est inférieure à environ 910 mm, et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 10 ppm,
- 10 – La dimension maximale dudit lingot avant refroidissement est supérieure à environ 910 mm et sa dimension minimale inférieure à environ 1500 mm, et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 3 ppm.
- 15 – La dimension minimale du lingot est supérieure à 1500 mm et la teneur en H du lingot avant refusion sous laitier est supérieure à 10 ppm.

8. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la teneur en carbone dudit acier est inférieure à la teneur en carbone en dessous de laquelle l'acier est hypoeutectoïde.

**FIG.3**

2/2

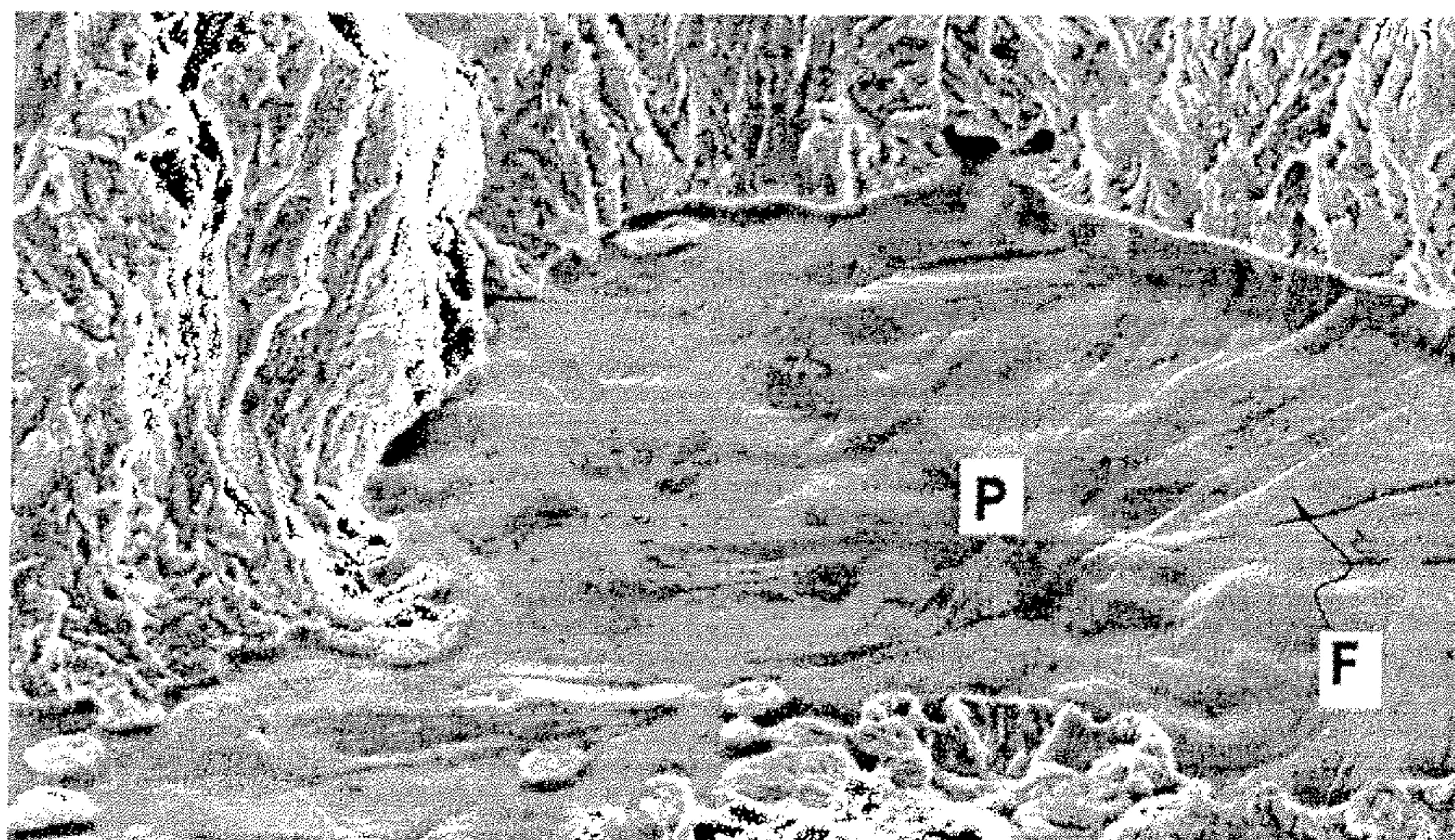


FIG.4

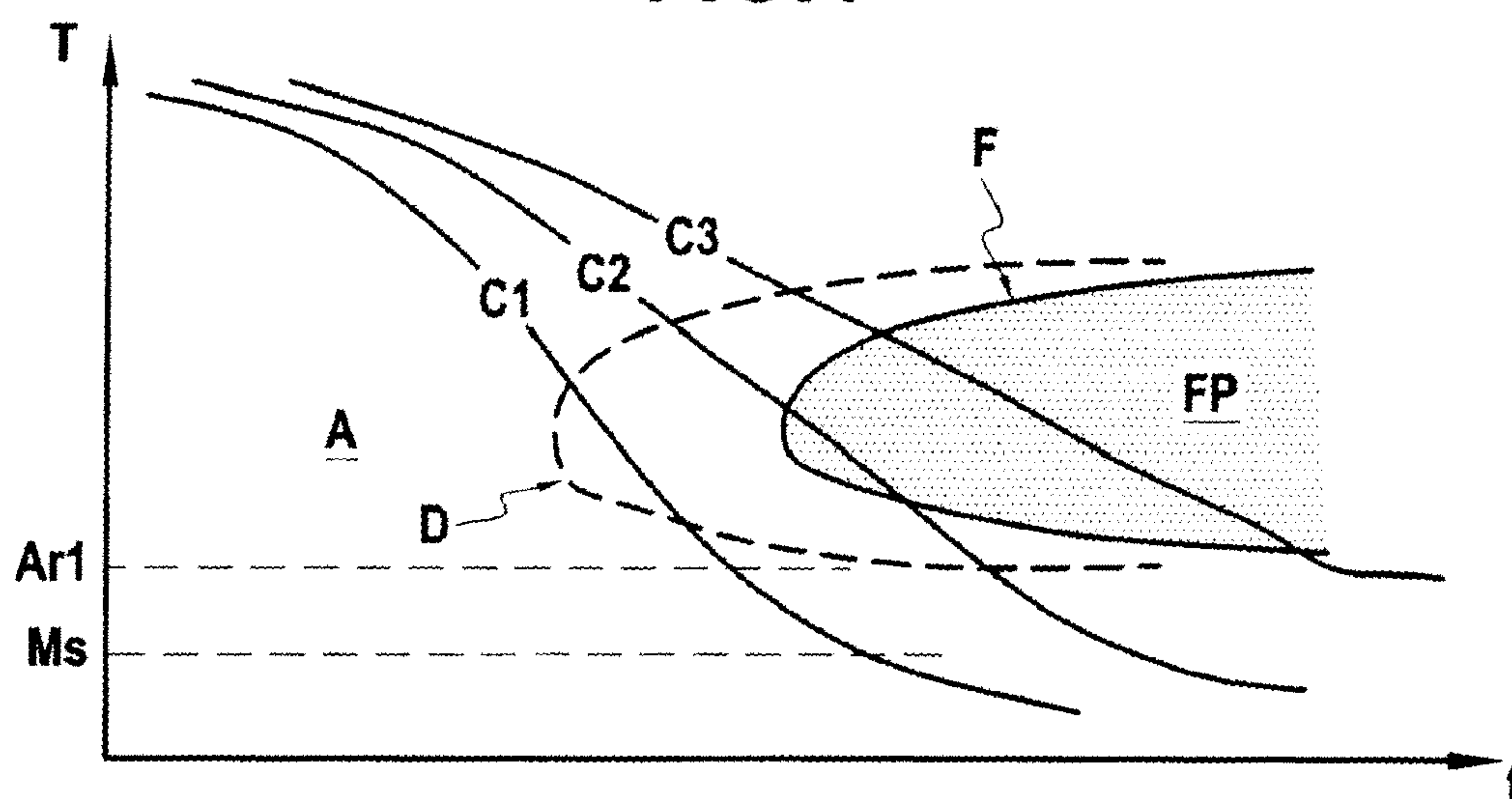


FIG.5

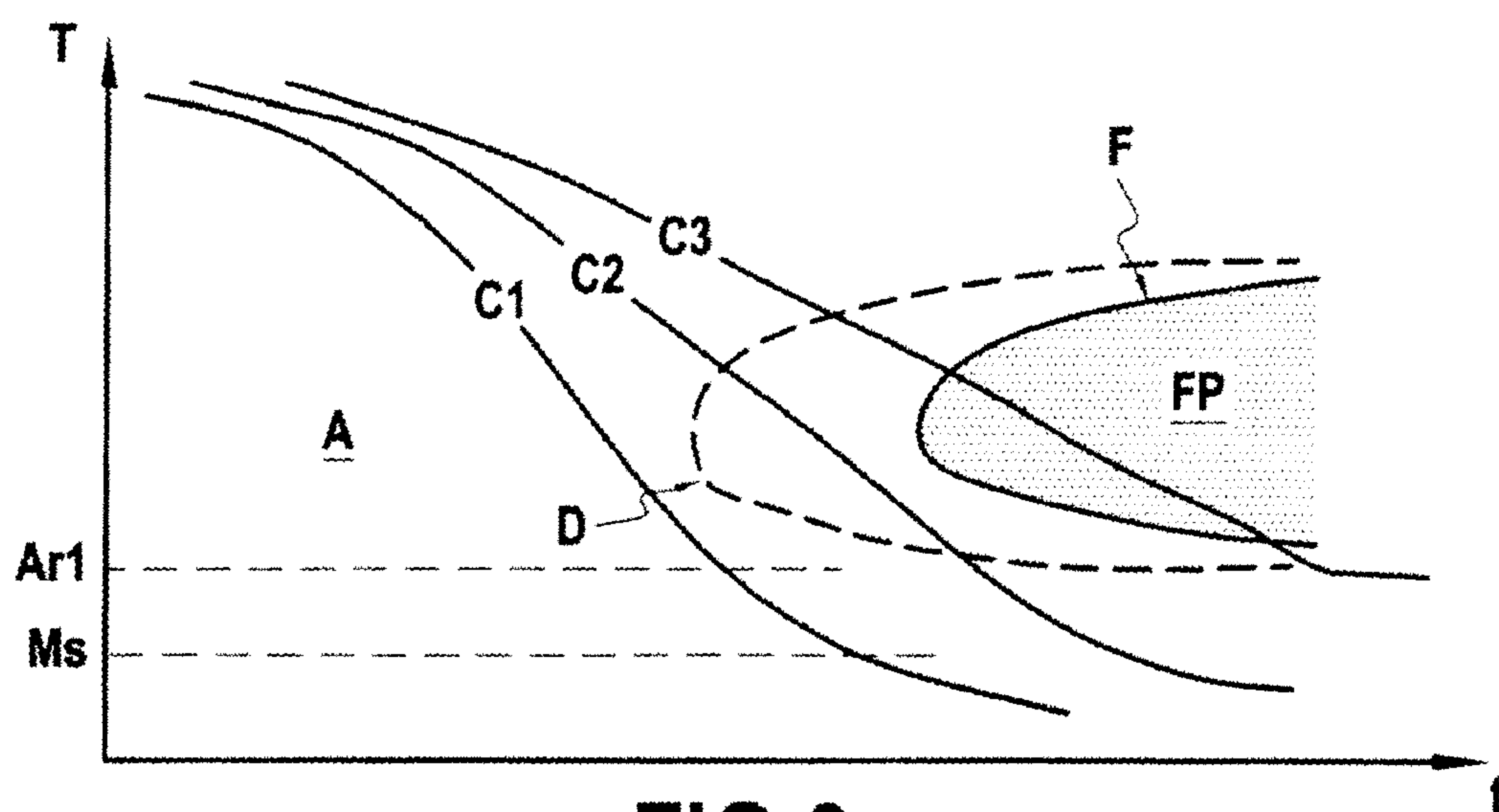


FIG.6

