



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 0 896 069 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**03.07.2002 Bulletin 2002/27**

(51) Int Cl.7: **C21D 8/04, C22C 38/00**

(21) Numéro de dépôt: **98401862.2**

(22) Date de dépôt: **21.07.1998**

(54) **Procédé d'élaboration d'une tôle mince en acier à ultra bas carbone pour la réalisation de produits emboutis pour emballage et tôle mince obtenue**

Verfahren zum Herstellen eines dünnen Bandes aus Stahl mit sehr niedriger Kohlenstoffgehalt zur Herstellung von tiefgezogene Produkten für Verpackungen und also hergestelltes dünnes Band

Method of making thin ultra-low-carbon steel strip for manufacturing deep-drawn products for packages and thin strips obtained thereby

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB IT LI LU NL PT SE**

(30) Priorité: **07.08.1997 FR 9710155**

(43) Date de publication de la demande:  
**10.02.1999 Bulletin 1999/06**

(73) Titulaire: **SOLLAC**  
**92800 Puteaux (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Sardoy, Véronique**  
**57070 Metz (FR)**  
• **Dahmen, Gilles**  
**57940 Volstroff (FR)**  
• **Poissonnet, Isabelle**  
**59470 Wormhout (FR)**

• **Blanchard, Anne**  
**13800 Istres (FR)**  
• **Choquet, Pascal**  
**59240 Dunkerque (FR)**  
• **Debiesme, Bernard**  
**59254 Ghyvelde (FR)**

(74) Mandataire: **Bouget, Lucien et al**  
**Cabinet Lavoix**  
**2, Place d'Estienne d'Orves**  
**75441 Paris Cédex 09 (FR)**

(56) Documents cités:  
**EP-A- 0 521 808**                    **EP-A- 0 659 889**  
**EP-A- 0 754 770**                    **WO-A-96/26295**  
**FR-A- 2 299 408**                    **US-A- 3 404 047**

**EP 0 896 069 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

**Description**

**[0001]** L'invention concerne un procédé d'élaboration d'une tôle mince en acier à ultra bas carbone pour la réalisation de produits emboutis pour emballage tels que des boîtes et une tôle mince obtenue par le procédé.

**[0002]** Pour la fabrication, par emboutissage, de produits pour emballage en acier tels que des boîtes pour produits alimentaires ou pour boissons, on utilise des flans découpés dans des tôles minces dont les caractéristiques doivent être adaptées au procédé de formage par emboutissage.

**[0003]** Les procédés d'emboutissage utilisés pour réaliser les boîtes pour conserves alimentaires ou pour boissons sont généralement des procédés d'emboutissage-réemboutissage (DRD) ou d'emboutissage-repassage (DWI).

**[0004]** Dans l'un et l'autre cas, il est connu d'utiliser des tôles minces à très bas carbone ou à ultra bas carbone (ULC) dont la teneur pondérale en carbone est de quelques millièmes de pour cent et généralement inférieure à 8 millièmes de pour cent.

**[0005]** On connaît par exemple par le FR 95-02208 un procédé d'élaboration d'une tôle mince destinée à la fabrication par emboutissage-repassage, d'une boîte du type boîte pour boisson, à partir d'un acier ayant la composition pondérale suivante :

- carbone < 0,008 %,
- manganèse compris entre 0,10 et 0,30 %,
- azote < 0,006 %,
- aluminium compris entre 0,01 et 0,06 %,
- phosphore < 0,015 %,
- soufre < 0,020 %,
- silicium < 0,020 %,
- au maximum 0,08 % d'un ou plusieurs des éléments cuivre, nickel et chrome,

le reste de la composition étant constitué par du fer et des impuretés inévitables.

**[0006]** De manière générale, dans le cas de la fabrication des boîtes par les procédés d'emboutissage-réemboutissage (DRD) ou d'emboutissage-repassage (DWI), des propriétés mécaniques et d'emboutissabilité spécifiques sont demandées en ce qui concerne les tôles minces ou les flans découpés dans ces tôles qui sont soumis à l'emboutissage.

**[0007]** En particulier, les tôles minces doivent présenter une faible tendance à la formation de cornes lors de l'emboutissage et de très bonnes propriétés d'emboutissabilité par rétreint.

**[0008]** Une bonne emboutissabilité est caractérisée par un coefficient d'anisotropie normale ou coefficient de Lanford élevé et un coefficient d'anisotropie plane  $\Delta C$  proche de zéro.

**[0009]** En outre, on recherche également une microstructure de l'acier la plus homogène possible suivant la largeur de la tôle et le long de ses rives, de manière à obtenir un comportement homogène des flans pendant leur emboutissage. De plus, on recherche dans la tôle destinée à l'emboutissage une microstructure la plus proche possible d'une microstructure à grains équiaxes homogènes.

**[0010]** Egalement, du fait que l'épaisseur de l'emballage métallique à l'état fini peut être très faible (par exemple inférieure à 0,1 mm), il est nécessaire de disposer d'une tôle exempte de défauts tels que des inclusions, c'est-à-dire un matériau présentant la meilleure propreté inclusionnaire possible

**[0011]** Les tôles minces en acier pour la fabrication d'emballages emboutis sont généralement réalisées à partir d'un acier calmé à l'aluminium, dégazé sous vide et coulé généralement en continu sous la forme d'une brame qui est ensuite laminée à chaud de façon à obtenir une bande laminée à chaud qui est ensuite laminée à froid en deux étapes séparées par un recuit de recristallisation.

**[0012]** Le second laminage qui est généralement réalisé sur un laminoir skin-pass permet d'obtenir une tôle ayant l'épaisseur finale du produit sur lequel on réalise l'emboutissage.

**[0013]** Dans le cas de la fabrication des aciers à ultra bas carbone l'acier élaboré dans le four métallurgique est soumis à un dégazage sous vide, généralement avec injection d'oxygène et calmé à l'aluminium, avant d'être coulé dans une installation de coulée continue pour l'élaboration d'une brame.

**[0014]** La brame est laminée à chaud à une température supérieure au point Ar3 de l'acier pour obtenir une tôle laminée à chaud dont l'épaisseur est généralement inférieure à 3 mm.

**[0015]** La tôle laminée à chaud est ensuite laminée à froid avec un taux de réduction généralement supérieur à 80 % pour obtenir une tôle laminée à froid intermédiaire ou ébauche qui est ensuite recuite à une température inférieure au point Ac1 de l'acier avant le laminage final au skin-pass dont le taux de réduction dépend de la destination de la tôle.

**[0016]** Les tôles d'acier à ultra bas carbone dégazé sous vide et calmé à l'aluminium présentent des caractéristiques convenables en ce qui concerne leur emboutissabilité, l'homogénéité de la microstructure obtenue, à l'issue du cycle de fabrication, et la propreté inclusionnaire.

**[0017]** Cependant, la réalisation de nouveaux emballages de formes complexes à parois de plus en plus minces

nécessite l'obtention de caractéristiques toujours plus élevées.

**[0018]** Dans le EP-0.521.808, on a proposé un procédé de réalisation de tôles destinées à l'emboutissage profond, par exemple pour la fabrication de boîtes par le procédé DRD, à partir d'un acier élaboré au convertisseur, renfermant au plus 0,015 % de carbone et moins de 0,040 % d'aluminium. Le procédé comporte un laminage à chaud. La tôle laminée à chaud est bobinée à une température supérieure à 650°C, puis laminée à froid et enfin recuite à une température inférieure à 700°C. La nécessité de bobiner à une température supérieure à 650°C conduit à des hétérogénéités de caractéristiques de la bande, dans le sens travers et entre les extrémités et le coeur de la bobine. De plus, le bobinage à une température supérieure à 650°C conduit à une structure de la tôle à chaud peu favorable à l'obtention d'une tôle laminée à froid ayant des grains fins (indice ASTM supérieur à 9).

**[0019]** Dans le US-3.404.047, on décrit un procédé de fabrication d'une tôle pour emboutissage profond ayant une très basse teneur en carbone ( $C \leq 0,004 \%$ ). Cette très faible teneur en carbone est obtenue en pratiquant sur la tôle un recuit décarburant. Du fait des conditions de recuit (2 à 20 heures à 715°C), l'indice de grains de la tôle est très faible (6 à 7).

**[0020]** Dans le EP-0.659.889, on décrit un procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid renfermant une très faible proportion de carbone ( $C \leq 0,004 \%$ ) et une très faible teneur en aluminium (entre 0,005 et 0,070 %). L'acier renferme une teneur en niobium supérieure à 0,001 % et pouvant aller jusqu'à 0,018 %. Du fait de la présence de niobium, la température de recristallisation de l'acier et donc la température du recuit de recristallisation est sensiblement plus élevée que dans les aciers exempts de niobium.

**[0021]** Le but de l'invention est de proposer un procédé d'élaboration d'une tôle mince en acier à ultra bas carbone pour la réalisation de produits emboutis d'emballage dans lequel :

- on élabore un acier calmé et dégazé sous vide renfermant en poids, entre 0,10 et 0,35 % de manganèse, moins de 0,006 % d'azote, moins de 0,025 % de phosphore, moins de 0,020 % de soufre, moins de 0,020 % de silicium, au plus 0,08 % d'un ou plusieurs éléments parmi le cuivre, le nickel et le chrome, ainsi que de l'aluminium,

le reste de la composition étant constitué par du fer et des impuretés inévitables,

- on coule l'acier sous forme d'une brame,
- on lamine la brame à chaud à une température supérieure à Ar3 pour obtenir une tôle laminée à chaud,
- on lamine à froid la tôle laminée à chaud, sous forme d'une tôle laminée à froid intermédiaire,
- on bobine la tôle laminée à chaud,
- on recuit la tôle laminée à froid intermédiaire en continu à une température inférieure à Ac1, et
- on relamine la tôle laminée à froid intermédiaire jusqu'à une épaisseur finale de la tôle pour emboutissage,

le procédé suivant l'invention permettant d'améliorer de manière notable l'emboutissabilité, la propreté inclusionnaire et l'homogénéité de microstructures de la tôle pour emboutissage.

**[0022]** Dans ce but, l'acier est élaboré de manière à renfermer au plus 0,006 % en poids de carbone et 0,010 % en poids d'aluminium et on bobine la tôle laminée à chaud à une température inférieure à 620°C et de préférence comprise entre 530°C et 570°C.

**[0023]** L'invention est également relative à un procédé d'élaboration dans lequel on calme l'acier par mise en contact d'un acier effervescent obtenu par élaboration dans un four métallurgique avec un laitier contenant en particulier de l'aluminium et de l'alumine  $Al_2O_3$ .

**[0024]** L'invention est également relative à un procédé d'élaboration dans lequel l'acier est coulé sous forme d'une brame dans une installation de coulée continue sous gaz inerte.

**[0025]** Enfin, l'invention est également relative à une tôle mince présentant une microstructure homogène à grains équiaxes ayant une faible teneur en inclusions et présentant de très bonnes caractéristiques d'emboutissabilité en un acier à ultra bas carbone renfermant moins de 0,010 % d'aluminium.

**[0026]** Afin de bien faire comprendre l'invention, on va maintenant décrire plusieurs exemples d'élaboration de tôles minces suivant l'invention et les caractéristiques microstructurales et d'emboutissabilité de ces tôles, en se référant aux figures jointes en annexe.

**[0027]** La figure 1 est un diagramme donnant le pourcentage de recristallisation en fonction de la température, d'aciers présentant des teneurs en aluminium différentes.

**[0028]** Les figures 2A, 2B, 2C, 2D et 2E sont des microstructures, après recristallisation, de tôles laminées à froid en acier présentant des teneurs en aluminium différentes et croissantes de la figure 2A à la figure 2E.

**[0029]** La figure 3 est un diagramme donnant la limite élastique en fonction de la teneur en aluminium de tôles en acier pour emboutissage élaborées suivant l'invention et, de manière comparative, suivant l'art antérieur.

**[0030]** La figure 4 est un diagramme donnant la résistance mécanique en fonction de la teneur en aluminium de tôles en acier d'emboutissage élaborées par le procédé suivant l'invention et, de manière comparative, de tôles en

acier élaborées suivant le procédé connu de l'art antérieur.

**[0031]** Les figures 5A, 5B et 5C sont des diagrammes représentant le coefficient d'anisotropie  $r$  d'une tôle d'emboutissage selon l'invention, respectivement dans la direction de la longueur de la tôle, dans la direction travers et à 45°.

**[0032]** La figure 6 est un diagramme donnant le coefficient d'anisotropie  $r$  moyen en fonction de la teneur en aluminium de tôles d'emboutissage en acier élaborées suivant l'invention et, de manière comparative, élaborées suivant l'art antérieur.

**[0033]** Dans le cadre d'une étude comparative entre le procédé d'élaboration de tôles pour emboutissage suivant l'invention caractérisé en particulier par de très basses teneurs en carbone et en aluminium dans les tôles minces obtenues et de tôles pour emboutissage élaborées suivant le procédé connu de l'art antérieur, ces tôles renfermant des teneurs en aluminium supérieures à 0,010 % en poids, on a réalisé différentes coulées d'acier qui ne diffèrent de manière sensible que par leurs teneurs en aluminium. A l'issue du laminage à chaud, la tôle est refroidie rapidement et bobinée à une température inférieure à 620°C. Le tableau 1 ci-dessous donne les compositions des aciers utilisés pour la fabrication de tôles d'emboutissage par laminage à froid de tôles laminées à chaud.

TABLEAU 1

Repère labo.	Temp; fin lamin.	Temp. Bob.	Ep. Coil (mm)	C	N	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al Met.	Ti rés (ppm)
M825	880°C	530°C	2,72	2,7	3,4	201	11	5	8	18	14	2	3
R2116A	875°C	570°C	2,96	3,5	3,5	202	13	11	8	15	15	8	1
R2115A	883°C	563°C	2,95	3,2	3,5	201	12	11	8	16	16	10	1
R1048C1	894°C	560°C	3,01	2,6	2,2	201	10	6	6	18	15	24	1
R1285	900°C	590°C	3,09	3,2	2,9	198	10	5	11	17	24	37	7
S 385	881°C	579°C	2,00	2,9	3,0	197	10	11	11	19	17	56	4
R1757A	871°C	559°C	3,04	3,4	5,0	237	3	5	14	18	30	64	4

**[0034]** Sur le tableau 1, les teneurs pondérales des différents éléments sont données en millièmes de pour cent, à l'exception du titane qui est indiqué en ppm, c'est-à-dire en dixième de millièmes de pour cent.

**[0035]** Les analyses chimiques ont été effectuées sur les tôles laminées à chaud constituant le produit obtenu dans une étape intermédiaire du procédé d'élaboration.

**[0036]** Dans la première colonne, on a indiqué les références des tôles ; ces références seront utilisées pour désigner les tôles jusqu'à leur état définitif, c'est-à-dire à l'état de tôles minces pour emboutissage.

**[0037]** Les trois premières tôles sous les références M825, R2116A et R2115A sont élaborées suivant le procédé de l'invention et comportent des teneurs en aluminium au plus égales à 10 millièmes pour cent.

**[0038]** Les quatre tôles suivantes indiquées dans le tableau 1 sont données à titre comparatif et concernent des tôles élaborées selon la technique antérieure et comportant 24 millièmes pour cent d'aluminium ou plus.

**[0039]** La seconde colonne du tableau 1 indique la température de fin de laminage et la troisième colonne, la température de bobinage de la tôle laminée à chaud.

**[0040]** La quatrième colonne du tableau est relative aux épaisseurs des tôles laminées à chaud.

**[0041]** Les colonnes suivantes du tableau indiquent les teneurs pondérales des différents éléments de l'acier des tôles.

**[0042]** Les aciers utilisés pour réaliser les tôles laminées à chaud sont élaborés au four métallurgique puis coulés en poche. L'acier est dégazé sous vide et calmé avant d'être coulé dans une installation de coulée continue de brames.

**[0043]** Le dégazage sous vide de l'acier est de préférence réalisé dans une installation RHOB, c'est-à-dire par insufflation d'oxygène pur dans l'acier mis en circulation dans une enceinte sous vide, ou dans une installation de vide en cuve.

**[0044]** Le calmage des aciers pour emballage métallique est généralement réalisé en ajoutant de l'aluminium à l'acier.

**[0045]** Un tel procédé a été utilisé dans le cas des aciers comparatifs

**[0046]** Un tel procédé de calmage à l'aluminium n'est plus applicable dans le cas des aciers devant renfermer moins de 0,010 % d'aluminium.

**[0047]** Dans le cas des trois aciers suivant l'invention renfermant moins de 0,010 % d'aluminium, on a réalisé le calmage par réaction entre le laitier et l'acier, lors du brassage.

**[0048]** Il est toutefois nécessaire d'ajouter au laitier un mélange d'aluminium et d'alumine  $Al_2O_3$  pour éviter une réoxydation de l'acier. En effet, le laitier renferme une proportion importante de FeO et l'aluminium assure le piégeage

de l'oxygène libéré par FeO au moment du brassage.

[0049] En ajustant les quantités d'aluminium et d'alumine dans le laitier, on peut ajuster la teneur finale en aluminium de l'acier à une valeur inférieure à 0,010 %.

[0050] Le dégazage sous vide, qui est une technique d'élaboration habituelle des aciers à ultra bas carbone, permet d'obtenir une teneur en carbone inférieure à 0,006 %.

[0051] Dans le cas des aciers élaborés dont la composition est donnée sur le tableau 1, les teneurs en carbone de ces aciers sont toutes comprises entre 26 et 35 ppm.

[0052] De manière à permettre des comparaisons significatives des caractéristiques mécaniques des aciers, on effectuera certaines corrections pour ramener les caractéristiques mécaniques à une teneur en carbone standard de 25 ppm.

[0053] De manière générale, la teneur en carbone des aciers à ultra bas carbone selon l'invention est inférieure à 0,006 %.

[0054] Ces aciers ont une teneur pondérale en azote allant de 22 à 50 ppm. De manière générale, pour les aciers destinés à la fabrication de tôles minces pour emballage, la teneur en azote est toujours inférieure à 0,006 % ou 60 ppm.

[0055] Dans de tels aciers également, la teneur en manganèse est généralement comprise entre 0,10 et 0,35 %. Dans le cas des aciers du tableau 1, les teneurs en manganèse sont comprises entre 0,197 et 0,237 %. Dans les aciers pour tôles minces pour emballage métallique, les teneurs en phosphore et en soufre doivent être limitées à 0,025 %, de préférence 0,015%, et à 0,020 %, respectivement. Dans le cas des aciers des exemples du tableau 1, ces teneurs sont respectivement comprises entre 0,003 et 0,013 % et entre 0,005 et 0,011 %.

[0056] De même, dans les aciers pour emballage métallique sous forme de tôle mince, les éléments tels que le cuivre, le nickel et le chrome ne doivent pas se trouver dans leur ensemble dans une proportion supérieure à 0,08%.

[0057] Dans le cas des aciers du tableau 1, cette teneur totale en cuivre, nickel et chrome est au plus égale à 0,062 %.

[0058] En outre, on a pu montrer que de faibles teneurs en titane ou en niobium pouvaient augmenter de manière importante la température de recristallisation complète des tôles.

[0059] Pour obtenir des conditions de recristallisation convenables des tôles on limite impérativement la teneur en titane à 10 ppm et de préférence à 6 ppm.

[0060] De même, le niobium doit être limité à 10 ppm.

[0061] Dans des aciers à ultra bas carbone connus de l'art antérieur, la teneur en aluminium métallique à l'issue de l'élaboration des tôles est généralement supérieure à 0,010 % en poids ou 10 millièmes, cette teneur étant généralement comprise entre 10 et 60 millièmes de pour cent.

[0062] Le mode d'élaboration particulier des aciers de l'invention et la recherche d'une teneur en aluminium au plus égale à 0,010 % permettent d'obtenir, comme il sera montré ci-après, des tôles ayant une microstructure améliorée, une plus grande homogénéité de microstructure, une plus grande propreté inclusionnaire et de meilleures propriétés d'emboutissabilité.

[0063] On a pu montrer en particulier que l'amélioration de la microstructure des tôles, la meilleure homogénéité de microstructure et les bonnes propriétés d'emboutissabilité étaient dues à la faible teneur en aluminium résiduel.

[0064] L'acier calmé est dégazé sous vide et coulé dans une installation de coulée continue de brames sous atmosphère inerte.

[0065] L'inertage de la coulée permet d'éviter une réoxygénation de l'acier lors de la coulée continue et donc des phénomènes d'effervescence et de percée à la coulée.

[0066] La brame coulée dans l'installation de coulée continue est laminée à chaud à une température supérieure à la température Ar3 de l'acier.

[0067] Dans le cas des tôles mentionnées au tableau 1, on a indiqué dans la deuxième colonne la température de fin de laminage des tôles laminées à chaud.

[0068] Les tôles laminées à chaud sont ensuite bobinées à une température inférieure à la température de recristallisation de l'acier et toujours inférieure à 620°C.

[0069] Sur le tableau 2 ci-dessous, on a indiqué les caractéristiques microstructurales des tôles laminées à chaud dont les compositions et conditions de laminage sont données au tableau 1.

TABLEAU 2

Repère	IG	EI	Rp0,2 T (MPa)	Rm T (MPa)	A %	rT
M825	8,5	1,0	216	316	40,0	1,01
R2116A	8,7	1,0	292	349	29,4	0,81
R2115A	8,2	1,0	281	333	33,5	0,99
R1048 C1	8,2	1,0	276	333	35,0	0,95

TABLEAU 2 (suite)

Repère	IG	EI	Rp0,2 T (MPa)	Rm T (MPa)	A %	rT
R1285	7,0	1,0	238	317	36,3	0,96
S 385	8,0	1,0	226	318	36,2	0,90
R1757A	10	1,0	255	342	34,7	0,84

**[0070]** Dans la première colonne du tableau, on a indiqué les références des tôles laminées à chaud ; dans la deuxième colonne, on a porté l'indice de grains de la tôle laminée à chaud et dans la troisième colonne, l'allongement des grains.

**[0071]** Les caractéristiques microstructurales correspondent à la partie centrale au coeur des tôles à chaud.

**[0072]** Il apparaît que la microstructure au coeur des différentes tôles laminées à chaud ne semble pas être dépendante de la teneur en aluminium.

**[0073]** Un grain plus fin (IG = 10,0) dans le cas de l'échantillon R1757A semble dû essentiellement à la présence de quantités d'azote, de manganèse, de cuivre et de chrome plus importantes dans l'alliage. A l'inverse, des grains plus gros (IG = 7,0) pour l'échantillon R1285 semblent liés à la réalisation d'un laminage à plus haute température (900°C) entraînant un grossissement du grain austénitique.

**[0074]** On a également porté, dans le tableau 2, aux colonnes 4, 5, 6 et 7 respectivement, la limite élastique des tôles à 0,2 % dans le sens travers, la résistance mécanique dans le sens travers, l'allongement à la rupture et le coefficient d'anisotropie normale rT dans le sens travers.

**[0075]** On observe une augmentation des caractéristiques mécaniques et une diminution de l'allongement avec l'augmentation de la teneur en aluminium de l'acier ainsi qu'une diminution (sauf dans le cas de la tôle R2116A) du coefficient d'anisotropie normale rT.

**[0076]** Les tôles laminées à chaud ont été soumises, après refroidissement, à un laminage à froid avec un taux de réduction de 85 à 95 %. On obtient alors des tôles intermédiaires dont l'épaisseur est de l'ordre de 0,2 à 0,3mm.

**[0077]** Ces tôles sont ensuite soumises à un recuit dans une installation de recuit continu à une température inférieure à la température Ac1 de l'acier.

**[0078]** On relamine alors l'ébauche de tôle laminée à froid jusqu'à l'épaisseur finale de la tôle pour emboutissage.

**[0079]** Le recuit continu est effectué à une température qui est supérieure généralement de 20°C à 30°C à la température de recristallisation de l'acier : dans le cas du procédé suivant l'invention, la température de recuit est au plus égale à 700°C ; la vitesse de chauffage de la tôle est de l'ordre de 27° par seconde. On maintient l'acier à la température de recuit supérieure à la température de recristallisation pendant une durée inférieure à 3 minutes et qui est généralement, pour des raisons pratiques, de 20 ou 30 secondes environ. Le refroidissement de la tôle, après recuit continu, est effectué, dans un premier temps, à une vitesse de l'ordre de 8° par seconde et, dans un second temps, à une vitesse de l'ordre de 10° par seconde.

**[0080]** Selon la destination des tôles pour emboutissage, les étapes de laminage à froid et de recuit des tôles à chaud élaborées suivant l'invention sont réalisées de manière différente.

**[0081]** Dans le cas des tôles destinées à la formation de boîtes par emboutissage-réemboutissage (DRD), la tôle laminée à chaud d'une épaisseur de l'ordre de 2,3 mm est laminée à froid avec un taux de laminage à froid de 85 à 89 %.

**[0082]** La tôle intermédiaire laminée à froid est ensuite recuite en continu à une température de 650°C environ pendant une durée de l'ordre de 20 secondes.

**[0083]** Le second laminage à froid ou laminage de finissage est réalisé au skin-pass avec un taux de réduction compris entre 23 et 31 %.

**[0084]** Dans le cas des tôles destinées à la fabrication de boîtes-boisson par emboutissage-repassage (DWI), la tôle laminée à chaud d'une épaisseur de l'ordre de 3 mm est laminée à froid avec un taux de réduction de 90 à 93 %.

**[0085]** On effectue un recuit à une température de l'ordre de 670°C pendant une durée d'environ 30 secondes.

**[0086]** Le laminage final au skin-pass est réalisé avec un taux de réduction de 2,5 à 17 %,

**[0087]** Le taux de réduction important au cours du laminage final dans le cas des tôles DRD permet de développer de fortes caractéristiques mécaniques dans les tôles laminées à froid.

**[0088]** Sur le tableau 3 ci-dessous, on a porté dans la première colonne, les références des tôles qui correspondent aux références des tableaux 1 et 2, les différentes tôles se différenciant, quant à leur composition, principalement par leur teneur en aluminium.

TABLEAU 3

(voir page suivante)

- 5 **[0089]** Les trois premières tôles présentent des compositions selon l'invention alors que les quatre tôles suivantes sont des tôles comparatives
- [0090]** Dans la deuxième colonne du tableau 3, on a porté le taux de réduction des tôles laminées à chaud, lors d'un premier laminage à froid. Ce premier laminage à froid est suivi d'un second laminage à froid au skin-pass avec un allongement identique pour toutes les tôles, de 2,5 %.
- 10 **[0091]** Dans la troisième colonne, on a indiqué la température du recuit continu (Rc).

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU 3

Repère	Taux de LAF (%)	RC	Sens prélt.	Re	Rm	A%	rd	nd	r moyen	n moyen	ΔC	IG-EI
M825 880°C/530°C 2,72 mm	89,7	670°C	L	244	347	37,6	1,85	0,207	1,82	0,200	0,10	10,5-1,0
			L	240	346	35,5	1,78	0,206				
			T	257	347	33,2	2,33	0,194				
			T	246	343	40,7	2,68	0,205				
			45	250	342	34,1	1,55	0,197				
			45	257	350	32,8	1,62	0,198				
R2216A 875°C/570°C 2,96 mm	90,0	670°C	L	285	370	26,0	1,62	0,157	1,62	0,157	0,08	10,5-1,0
			L	280	368	26,8	1,62	0,160				
			T	289	376	30,2	2,08	0,159				
			T	290	378	27,2	2,07	0,155				
			45	270	362	29,4	1,50	0,155				
			45	271	366	30,4	1,48	0,158				
R2115A 883°C/563°C 2,95 mm	90,3	670°C	L	258	361	26,1	1,57	0,196	1,63	0,195	0,12	10,5-1,0
			L	259	359	26,6	1,59	0,197				
			T	257	359	28,7	2,17	0,198				
			T	262	359	29,6	2,17	0,198				
			45	266	360	27,0	1,39	0,192				
			45	265	360	32,8	1,51	0,195				
R1048 C1 894°C/560°C 3,01 mm	91,4	670°C	L	255	352	34,3	1,53	0,201	1,54	0,199	0,07	10,5-1,0
			L	255	353	34,1	1,51	0,202				
			T	262	351	35,6	2,05	0,192				
			T	260	352	36,4	2,04	0,198				
			45	256	353	32,0	1,35	0,201				
			45	256	352	36,7	1,40	0,200				

TABLEAU 3 (suite)

Repère	Taux de LAF (%)	RC	Sens prélt.	Re	Rm	A%	rd	nd	r moyen	n moyen	ΔC	IG-EI
R1285 900°C/590°C 3,09 mm	91,9	670°C	L	267	366	29,2	1,51	0,190	1,48	0,188	-0,03	11,4-1,4 structure hétérogène
			L	266	366	28,0	1,44	0,192				
			T	271	363	28,8	1,79	0,186				
			T	268	363	27,0	1,77	0,184				
			45	267	357	26,2	1,39	0,184				
			45	265	353	27,2	1,37	0,191				
S385 881°C/579°C 2,00 mm	91,3	700°C	L	290	368	33,2	1,57	0,165	1,68	0,161	-0,03	11,4-1,4 structure hétérogène
			L	288	369	34,3	1,59	0,168				
			T	295	369	31,6	2,12	0,157				
			T	295	368	28,8	2,04	0,150				
			45	287	363	30,2	1,50	0,163				
			45	283	361	32,4	1,67	0,159				
R1757A 871°C/559°C 3.04	91,1	700°C	L	267	366	25,5	1,40	0,190	1,46	0,184	-0,08	structure très hétérogène forte élongation
			L	270	366	26,2	1,42	0,189				
			T	275	363	26,5	1,85	0,176				
			T	278	366	24,7	1,81	0,177				
			45	272	355	26,9	1,35	0,186				
			45	273	355	27,3	1,44	0,185				

- [0092]** On mesure ensuite un ensemble de caractéristiques mécaniques des tôles après laminage final au skin-pass, comme il sera indiqué par la suite.
- [0093]** Le taux de réduction au cours du premier laminage à froid qui est de l'ordre de 90 % ou un peu supérieur et le taux de réduction au second laminage à froid qui est de l'ordre de 2,5 % sont caractéristiques de l'élaboration de tôles DWI.
- [0094]** On a réalisé des prélèvements d'éprouvettes dans les tôles obtenues à l'issue du laminage final au skin-pass, le sens de prélèvement des éprouvettes étant indiqué dans la quatrième colonne du tableau 3 (L : dans le sens long de la tôle, T : dans le sens travers, 45 : à 45°).
- [0095]** Dans les colonnes suivantes du tableau 3, on a indiqué les valeurs mesurées de la limite élastique Re, de la résistance mécanique Rm, de l'allongement A%, du coefficient de Lankford rd et du paramètre nd pour chacune des éprouvettes prélevées dans les tôles.
- [0096]** Dans les colonnes suivantes, on a indiqué le coefficient de Lankford moyen r moyen et le paramètre n moyen, pour l'ensemble de la tôle.
- [0097]** Dans la colonne suivante, on a indiqué le coefficient d'anisotropie plane  $\Delta C$  mesuré qui, comme on peut le constater, est voisin de zéro.
- [0098]** Dans la dernière colonne, on a indiqué les caractéristiques des grains sous la forme de l'indice de grains IG et de l'allongement des grains EI.
- [0099]** Les résultats de mesure portés au tableau 3 seront commentés par la suite en regard des figures 3 à 6 sur lesquelles les résultats ont été reportés de manière graphique.
- [0100]** Un premier but de l'étude effectuée sur les tôles dont les références sont indiquées au tableau 3 était de déterminer l'influence de la teneur en aluminium des tôles sur la température de recristallisation et sur la microstructure de recristallisation obtenue dans les tôles après le laminage à froid final.
- [0101]** On a effectué, entre les deux laminages à froid des tôles, différentes simulations de recuit continu sur des échantillons des tôles pour déterminer le pourcentage de recristallisation en fonction de la température de maintien au recuit continu, pour les différentes tôles dont les compositions sont indiquées au tableau 1.
- [0102]** Les résultats sont reportés sur la figure 1 sur laquelle on a tracé les courbes de recristallisation pour chacune des compositions de tôles, les trois premières tôles ayant des compositions correspondant au procédé suivant l'invention et les quatre suivantes étant des tôles comparatives.
- [0103]** Le temps de maintien à la température de recuit est dans tous les cas de 30 secondes.
- [0104]** Les trois tôles suivant l'invention présentent pratiquement une même courbe de recristallisation portée en traits pleins sur la figure 1.
- [0105]** Un recuit de recristallisation complet est obtenu à 640°C.
- [0106]** La tôle R1285 à 37 millièmes d'aluminium dont la courbe de recristallisation est représentée en traits mixtes montre une température de recristallisation complète de l'ordre de 660°C.
- [0107]** La tôle S 385 à 56 millièmes d'aluminium présente une température de recristallisation complète de l'ordre de 680°C et la tôle R1757 à 64 millièmes d'aluminium une température de recristallisation complète de 710°C.
- [0108]** On observe donc un décalage de 40° de la température de recristallisation des tôles, lorsque la teneur en aluminium passe des teneurs correspondant au procédé d'élaboration de tôles suivant l'invention à une tôle à 64 millièmes d'aluminium. Dans le cas des tôles à 37 et à 56 millièmes d'aluminium, respectivement, le décalage est respectivement de 20 et de 40°C environ.
- [0109]** En ce qui concerne la tôle R1048 à 24 millièmes d'aluminium, le décalage de la température de recristallisation est inférieur à 20°C.
- [0110]** Les figures 2A, 2B, 2C, 2D et 2E sont des micrographies à un grossissement de 290 montrant les grains de tôles suivant l'invention à l'issue du recuit.
- [0111]** Sur la figure 2A, on voit la microstructure d'une tôle laminée à froid dont la teneur en aluminium est de 2 millièmes, cette tôle correspondant à la tôle M825 des tableaux 1, 2 et 3. Les grains de la tôle sont de forme régulière et équiaxe et l'indice de grains est de 10,5 avec un allongement des grains de 1.
- [0112]** La figure 2B est une micrographie montrant le grain d'une tôle renfermant 8 millièmes d'aluminium qui correspond à la tôle R2116A des tableaux. Les grains de la tôle sont équiaxes, de structure et de taille homogènes. L'indice de grains et l'allongement des grains sont identiques au cas de la figure 2A.
- [0113]** La figure 2C est une micrographie d'une tôle à 24 millièmes d'aluminium qui correspond à la tôle R1048 C1 mentionnée sur les tableaux.
- [0114]** Les grains de la tôle ne sont plus de taille homogène et de structure purement équiaxe.
- [0115]** L'indice de grain IG est de 10,8 et l'allongement du grain de 1,0.
- [0116]** Les figures 2D et 2 E sont des micrographies de tôles renfermant respectivement 37 et 64 millièmes d'aluminium, ces tôles correspondant aux tôles R1285 et R1757A des tableaux.
- [0117]** Les grains n'ont plus une structure équiaxe mais une structure irrégulière et allongée connue sous le nom de "pancake".

[0118] Les indices de grains sont respectivement de 11 et 11,5 et les allongements de grains de 1,4 et de 2.

[0119] Il apparaît donc que pour des teneurs en aluminium de 2 et de 8, c'est-à-dire pour des tôles élaborées suivant le procédé de l'invention, les grains sont homogènes et de forme équiaxe, ce qui laisse présager un comportement homogène à l'emboutissage et une réduction des risques de défauts tels que des cornes d'emboutissage.

[0120] En revanche, pour les tôles élaborées suivant le procédé de l'art antérieur avec une teneur en aluminium supérieure à 10 millièmes pour cent, les grains ne sont plus homogènes et équiaxes, ce qui laisse supposer un comportement moins bon à l'emboutissage.

[0121] De plus, une faible teneur en aluminium, inférieure à 10 millièmes pour cent, permet d'obtenir une bonne homogénéité de la microstructure dans les sens longitudinal et transversal.

[0122] Sur les figures 3 et 4, on a reporté les caractéristiques mécaniques indiquées sur le tableau 3, sous la forme de diagrammes donnant la limite élastique Re et la résistance mécanique Rm en MPa en fonction de la teneur en aluminium.

[0123] La plupart des points relatifs aux mesures de limite élastique et de résistance mécanique dans le sens long et dans le sens travers s'alignent suivant des droites qui ont été tracées en pointillés sur les figures 3 et 4. De manière générale, la limite élastique Re et la résistance mécanique Rm augmentent avec la teneur en aluminium.

[0124] Dans le cas des aciers élaborés suivant le procédé de l'invention, la limite élastique et la résistance mécanique ramenées à une teneur en carbone de 25 ppm sont un peu supérieures à 250 et 345 MPa respectivement.

[0125] Sur les figures 5A, 5B et 5C, on a représenté des variations des coefficients de Lankford dans le sens long, dans le sens travers, et à 45°.

[0126] Un coefficient de Lankford de valeur élevée traduit une forte anisotropie normale favorable à l'emboutissage.

[0127] Comme il apparaît sur les courbes des figures 5A, 5B et 5C, quel que soit le sens de prélèvement des éprouvettes, le coefficient de Lankford r est élevé pour les teneurs en aluminium proches de zéro et décroît ensuite pour se stabiliser à une valeur minimale pour les teneurs en aluminium les plus élevées.

[0128] Sur la figure 6, on a représenté le coefficient de Lankford moyen pour l'ensemble de la tôle, r moyen, en fonction de la teneur en aluminium.

[0129] En traçant la courbe passant par les points de mesure, on peut voir que la valeur du coefficient r moyen extrapolée pour 0 % d'aluminium est de l'ordre de 1,9 et que pour une teneur d'aluminium de 10 millièmes, la valeur du coefficient de Lankford est légèrement supérieure à 1,60 (1,63).

[0130] On admet qu'une valeur du coefficient de Lankford moyen supérieure à 1,6 permet d'améliorer l'emboutissabilité au rétreint.

[0131] Au-dessus de 10 millièmes d'aluminium dans les tôles d'acier, le coefficient de Lankford moyen passe très rapidement en dessous d'1,6 pour se stabiliser aux alentours d'1,45 pour les plus fortes teneurs en aluminium des échantillons de tôle sur lesquels on a effectué les essais.

TABLEAU 4

Acier	C	Mn	Al	N	Tfin LAC	T bobinage	Taux LAF	T Recuit	r	ΔC	IG
A	7	188	15	4,7	870	620	90,1	650°C 30s	1,40	-0,35	11,6
B	8	199	13	4,3	870	715	89,7	650°C 30s	1,60	-0,20	10
C	3,2	201	10	3,5	883	563	90,3	670°C 30s	1,68	0,12	10,5
D	5,3	200	12	5,6	865	670	89,5	670°C 30s	1,65	-0,02	9
E	5,8	209	12	4,9	865	540	90,0	670°C 30s	1,63	-0,07	10,7
F	12	204	12	5,5	872	590	90,2	650°C 30s	1,30	-0,38	11,3
G	13	187	6	4,8	869	595	89,9	650°C 30s	1,35	-0,36	10,8
H	12	204	12	5,5	874	700	90,1	650°C 30s	1,50	-0,20	10,3
I	13	187	6	4,8	872	695	90,0	650°C 30s	1,55	-0,20	9,1
J	3,5	202	8	3,5	875	698	89,8	670°C 30s	1,69	0,04	9
K	2,7	204	33	2,3	868	555	89,9	650°C 8h	1,88	0,24	7
L	2,7	204	33	2,3	868	555	91,1	670°C 30s	1,66	0,06	11

[0132] Sur le tableau 4, on a porté les compositions, les températures de laminage, de bobinage et de recuit ainsi que les caractéristiques r, ΔC et IG relatives à l'emboutissabilité, pour des tôles constituant des exemples comparatifs, par rapport aux tôles suivant l'invention figurant dans la première partie du tableau 3 ci-dessus.

**[0133]** Les aciers des exemples comparatifs dont les références sont portées dans la première colonne du tableau 4, à l'exception de l'acier C, qui correspond à l'acier R2115A selon l'invention porté au tableau 3, ont des compositions qui diffèrent de la composition d'un acier suivant l'invention, soit par leur teneur en carbone (aciers G et I), soit par leur teneur en aluminium (aciers D, E, K et L), soit encore à la fois par leur teneur en carbone et leur teneur en aluminium (aciers A, B, F et H).

**[0134]** De plus, les tôles ayant les compositions B, D, H, et J ont été bobinées, à l'issue du laminage à chaud, à une température supérieure à 620°C, qui est la limite supérieure de la température de bobinage dans le cas de l'invention.

**[0135]** Les tôles des exemples comparatifs portés au tableau 4 ont des caractéristiques d'emboutissabilité qui sont généralement inférieures aux caractéristiques d'emboutissabilité des aciers de l'invention. En outre, ces aciers, lorsqu'ils renferment des teneurs en aluminium supérieures à 10 millièmes pour cent, présentent une homogénéité de structure et une propreté inclusionnaire inférieures aux aciers de l'invention.

**[0136]** En comparant les caractéristiques de la tôle de l'exemple C selon l'invention et de l'exemple J, qui présente une composition selon l'invention et qui a été obtenue par un procédé dans lequel la tôle laminée à chaud a été bobinée à une température supérieure à 620°C (698°C), on s'aperçoit que les tôles obtenues ont des coefficients de Lankford  $r$  très proches et largement supérieurs à 1,60 et des valeurs de  $\Delta C$  proches de 0. Cependant, l'indice de grains ASTM IG de la tôle selon l'exemple J est inférieur à l'indice de grains de la tôle selon l'exemple C et inférieur à 10. Le grain final de la tôle est donc moins fin dans le cas où la tôle a été bobinée à plus haute température.

**[0137]** Dans le cas de la tôle de l'exemple A, l'acier contient une teneur en carbone (70 ppm) supérieure à la limite de 60 ppm des tôles réalisées suivant l'invention et la tôle laminée à chaud est bobinée à 620°C, c'est à dire à la limite supérieure de l'intervalle de température de bobinage selon l'invention. Le coefficient de Lankford  $r$  est faible (seulement 1,40). Le coefficient d'anisotropie  $\Delta C$  est très différent de 0 (-0,35). L'indice de taille de grains est en revanche tout à fait satisfaisant (11,6).

**[0138]** Dans le cas de la tôle de l'exemple B, dont la composition est proche de celle de l'acier selon l'exemple A, la température de bobinage est de 715°C, c'est-à-dire une température sensiblement supérieure à la limite de 620°C. La tôle B présente un coefficient de Lankford relativement satisfaisant (1,60), un coefficient d'anisotropie assez éloigné de 0 (-0,20) et un indice de grains inférieur à l'indice de grains dans le cas de la tôle A.

**[0139]** Dans le cas de la tôle de l'exemple D, comparé à l'exemple E, les aciers D et E étant des aciers à 53 et 58 ppm de carbone, respectivement, l'élévation de la température de bobinage au-dessus de 620° (670°C) n'a pratiquement pas d'influence sur le coefficient de Lankford et sur le coefficient d'anisotropie. En revanche, l'indice de grains passe de 10,7 à 9, lorsque la température de bobinage passe de 540 (exemple E) à 670°C (exemple D).

**[0140]** Dans le cas des exemples H et I, une teneur en carbone sensiblement supérieure à 6 millièmes de pour cent (12 et 13 millièmes de pour cent) se traduit, sur la tôle obtenue, par un coefficient de Lankford faible et un coefficient d'anisotropie  $\Delta C$  éloigné de la valeur nulle. Dans le cas des exemples F et G, les compositions des aciers F et G étant identiques, respectivement aux compositions des alliages H et I, les températures de bobinage de la tôle laminée à chaud sont inférieures à 620°C, les caractéristiques  $r$  et  $\Delta C$  sont très médiocres mais l'indice de grains est satisfaisant et plus favorable que dans le cas des exemples H et I où la tôle laminée à chaud a été bobinée à des températures de l'ordre de 700°C.

**[0141]** Dans le cas de toutes les tôles des exemples évoqués ci-dessus, un recuit de recristallisation est réalisé en continu, pendant une durée de l'ordre de 30 secondes à une température de l'ordre de 650°C ou un peu supérieure.

**[0142]** Ces exemples comparatifs montrent que, d'une part, une teneur en carbone inférieure à 6 millièmes de pour cent (ou 60 ppm) est nécessaire, dans la composition de l'acier, pour obtenir une tôle ayant des caractéristiques  $r$  et  $\Delta C$  satisfaisantes. D'autre part, ces exemples montrent également que, dans le cas d'une teneur en carbone inférieure à 6 millièmes pour cent, une température de bobinage modérée, généralement inférieure à 620°C, permet d'obtenir un indice de grains satisfaisant, généralement supérieur à 10, c'est à dire une tôle ayant un grain fin.

**[0143]** De manière générale, on effectuera le bobinage à une température comprise entre 450°C et 620°C et de préférence comprise entre 530 et 570°C, comme il ressort en particulier du tableau 1, si l'on considère les trois premiers exemples du tableau qui sont des exemples d'aciers suivant l'invention.

**[0144]** Dans le cas où l'on utilise un acier ayant une teneur en carbone supérieure à 60 ppm, l'exemple B du tableau 4 montre qu'on peut obtenir des caractéristiques  $r$  et  $\Delta C$  relativement satisfaisantes en effectuant le bobinage de la bande laminée à chaud à une température de l'ordre de 715°C. Cependant, l'indice de grains n'est plus alors que de 10 alors qu'il était de 11,6 dans le cas de l'acier de l'exemple A.

**[0145]** Dans le cadre du procédé selon l'invention, pour obtenir une tôle à grains fins ayant de bonnes caractéristiques d'emboutissabilité, on élabore un acier dont la teneur en carbone est inférieure à 60 ppm et on impose une température de bobinage de la tôle laminée à chaud dans un intervalle compris entre 450°C et 620°C, après refroidissement rapide de la tôle laminée à chaud.

**[0146]** On a montré plus haut que, dans le cas d'un acier ayant une teneur en carbone inférieure à 60 ppm, l'abaissement de la teneur en aluminium, en-dessous de 10 millièmes pour cent, permettait d'obtenir de très bonnes propriétés d'emboutissabilité, en plus d'une grande homogénéité de structure et d'une très bonne propreté inclusionnaire.

**[0147]** En comparant les exemples du tableau 4, F et G d'une part, et H et I d'autre part, on voit que l'abaissement de la teneur en aluminium de 12 à 6 millièmes pour cent n'a pratiquement aucun effet sur les paramètres  $r$  et  $\Delta C$ , dont les valeurs restent tout à fait médiocres dans le cas des aciers à 12 et 13 millièmes pour cent de carbone. Cet effet est pratiquement identique, quelle que soit la température de bobinage de la tôle à chaud.

**[0148]** En revanche, dans le cadre de l'invention, lorsque la teneur en carbone est inférieure à 6 millièmes de pour cent dans l'acier, l'abaissement de la teneur en aluminium en-dessous de 10 millièmes pour cent permet d'améliorer notablement les paramètres  $r$  et  $\Delta C$ .

**[0149]** Les tôles pour emboutissage suivant l'invention doivent présenter des grains suffisamment fins (indice de grains au moins égal à 9) et une structure homogène.

**[0150]** Pour obtenir ce résultat, on refroidit rapidement la tôle entre la température de fin de laminage à chaud et la température de bobinage, qui doit être inférieure à 620°C. Ce refroidissement rapide et le bobinage à une température relativement basse permettent de limiter la croissance des grains dans la tôle laminée à chaud, et d'obtenir un bon indice de grains dans la tôle finale obtenue après laminage à froid.

**[0151]** Comme il ressort du tableau 4 (exemple K), un acier à ultra bas carbone et ultra bas aluminium obtenu par dégazage sous vide à l'aciérie, qui est recuit à 650°C, pendant huit heures, présente un coefficient de Lankford  $r$  élevé (1,88), un coefficient d'anisotropie sensiblement différent de 0 (0,24) et un indice de grains très faible (IG = 7).

**[0152]** Lorsque le même acier est utilisé pour la fabrication d'une tôle qui est recuite en continu à 670°C pendant 30 seconde (exemple L), les coefficients  $r$  et  $\Delta C$  ainsi que l'indice de grains ont des valeurs satisfaisantes, bien que la teneur en aluminium de l'acier soit sensiblement supérieure à la limite donnée dans le cas de l'invention. Dans ce cas cependant, on ne peut garantir une très bonne homogénéité de structure et une très bonne propreté inclusionnaire.

**[0153]** Dans le cas d'aciers à ultra bas carbone, comme le montrent les exemples K et L, il est préférable d'effectuer un recuit en continu à une température légèrement supérieure à 650°C, par exemple de 670°C, pendant une durée de 30 secondes. Un recuit de longue durée à ces températures, en plus de l'augmentation du coût de production des tôles, entraîne une dégradation du coefficient d'anisotropie  $\Delta C$  et de l'indice de grains.

**[0154]** Comme il est visible au tableau 1, les aciers utilisés dans le cadre de l'invention renferment de très faibles quantités de titane, de l'ordre de 1 à quelques ppm. On a également indiqué que, de manière à éviter une augmentation de la température de recristallisation de l'acier, on limite la teneur en titane à 10 ppm et de préférence à 6 ppm dans l'acier.

**[0155]** On a pu montrer que, pour une teneur en titane de 10 ppm, la température de recristallisation est de 670°C, au lieu de 640°C pour une teneur en titane sensiblement nulle. Du fait que le recuit doit être effectué à une température supérieure à la température de recristallisation de l'acier de 20°C ou 30°C, la teneur en titane ne doit pas excéder 10 ppm pour avoir une température de recuit d'au plus 700°C. En outre, le titane, dans une proportion supérieure à 10 ppm, entraîne une déviation du coefficient d'anisotropie  $\Delta C$  par rapport à la valeur zéro.

**[0156]** De même, le niobium augmente la température de recristallisation de l'acier dans des proportions sensiblement analogues au titane. Pour une teneur en niobium de 3 ppm, la température de recristallisation de l'acier est égale à 640°C alors que, pour 10 ppm de niobium, elle est de 680°C. Pour limiter la température de recuit de l'acier à une valeur proche de 700°C, tout en assurant une recristallisation complète dans toute la bobine de tôle, on limite donc la teneur en niobium à 10 ppm.

**[0157]** Les aciers utilisés dans le cadre de l'invention sont donc des aciers sensiblement exempts de titane et de niobium, les teneurs de ces éléments étant limitées à 10 ppm, soit 0,001 % en poids.

**[0158]** Les tôles pour emboutissage obtenues par le procédé d'élaboration suivant l'invention, qui présentent en particulier une teneur en carbone au plus égale à 6 millièmes de pour cent et en aluminium au plus égale à 10 millièmes de pour cent, présentent, à l'issue du laminage à froid final, une microstructure homogène à grains équiaxes et de très bonnes caractéristiques d'emboutissabilité. En particulier, la microstructure de la tôle présente une bonne homogénéité dans le sens travers et les rives de la tôle présentent un grain équiaxe homogène dont la taille est un peu supérieure à la taille des grains dans la partie de la bande voisine de l'axe. De plus, des études ont montré que les tôles obtenues par le procédé de l'invention présentent une très bonne propreté inclusionnaire, lorsqu'on effectue la désoxydation par le laitier et qu'on réalise l'inertage de la coulée continue.

**[0159]** En particulier, la réduction du laitier influe sur l'écart type moyen des tailles d'inclusions et sur le nombre d'inclusions dans l'acier. En outre, le très bas aluminium permet de diminuer la densité moyenne des inclusions dans l'acier.

**[0160]** Une très bonne propreté inclusionnaire présente un grand intérêt, en particulier dans le cas de tôles très minces utilisées pour la fabrication par emboutissage d'emballages métalliques tels que des boîtes pour boissons.

**[0161]** Le procédé d'élaboration suivant l'invention permet de diminuer le pourcentage de rebut dû à des microstructures hétérogènes ou à la présence d'inclusions inacceptables dans les tôles pour emboutissage et en particulier dans les tôles pour emboutissage-repassage de type DWI.

**[0162]** En outre, le procédé suivant l'invention, qui utilise de très faibles quantités d'aluminium pour le calmage de l'acier, permet de réaliser une économie sur l'achat d'aluminium, dans le cadre de la production des tôles pour em-

boutissage.

[0163] L'invention ne se limite pas au mode de réalisation qui a été décrit.

[0164] C'est ainsi qu'on peut réaliser le calmage de l'acier autrement que par la réduction du laitier et que la présence de l'aluminium dans l'acier des tôles pour emboutissage avec une teneur inférieure à 10 millièmes de pour cent permet en elle-même d'obtenir des avantages substantiels en ce qui concerne la microstructure, l'homogénéité et l'emboutissabilité de la tôle d'acier.

[0165] L'invention s'applique aussi bien aux tôles pour emboutissage DRD qu'aux tôles pour emboutissage DWI. Les taux de laminage au cours du premier et du second laminages à froid peuvent être adaptés à l'usage de la tôle pour la réalisation de produits emboutis d'emballage spécifiques.

## Revendications

1. Procédé d'élaboration d'une tôle mince en acier à ultra bas carbone pour la réalisation de produits emboutis pour emballage dans lequel :

- on élabore un acier calmé et dégazé sous vide renfermant, en poids, entre 0,10 et 0,35 % de manganèse, moins de 0,006 % d'azote, moins de 0,025 % de phosphore, moins de 0,020 % de soufre, moins de 0,020 % de silicium, au plus 0,08 % d'un ou plusieurs des éléments cuivre, nickel et chrome ainsi que de l'aluminium,

le reste de la composition étant constitué par du fer et des impuretés inévitables,

- on coule l'acier sous forme d'une brame,
- on lamine la brame à chaud à une température supérieure à Ar3 pour obtenir une bande de tôle laminée à chaud,
- on bobine la tôle laminée à chaud,
- on lamine à froid la tôle laminée à chaud, sous forme d'une tôle laminée à froid intermédiaire,
- on recuit la tôle laminée à froid intermédiaire en continu à une température inférieure à Ac1,
- on relamine la tôle laminée à froid intermédiaire jusqu'à une épaisseur finale de la tôle pour emboutissage,

**caractérisé par le fait que** l'acier est élaboré de manière à renfermer au plus 0,006 % en poids de carbone et 0,010 % en poids d'aluminium et qu'on bobine la tôle laminée à chaud à une température inférieure à 620°C et de préférence comprise entre 530 et 570°C.

2. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé par le fait que** l'acier renferme au plus 0,001 % en poids de titane et 0,001 % en poids de niobium, et qu'on recuit la tôle laminée à froid à une température inférieure à 700°C pendant une durée inférieure à 3 minutes et de préférence voisine de 30 secondes.

3. Procédé suivant la revendication 2, pour la fabrication d'une tôle mince pour emboutissage par le procédé d'emboutissage-réemboutissage DRD, **caractérisé par le fait que** la tôle laminée à chaud a une épaisseur voisine de 2,3 mm, qu'on lamine la tôle laminée à chaud avec un taux de réduction compris entre 85 et 89 %, qu'on recuit la tôle intermédiaire laminée à froid par recuit continu à une température de 650° environ, pendant vingt secondes environ, et qu'on relamine la tôle intermédiaire laminée à froid sur un laminoir skin-pass avec un taux de réduction compris entre 23 et 31 %.

4. Procédé suivant la revendication 2 pour l'élaboration d'une tôle pour emboutissage par le procédé d'emboutissage-réemboutissage DWI, **caractérisé par le fait que** la tôle laminée à chaud à une épaisseur voisine de 3 mm, qu'on lamine à froid la tôle laminée à chaud avec un taux de réduction de 90 à 93 %, qu'on recuit la tôle laminée à froid intermédiaire en continu à une température voisine de 670°C pendant une durée de l'ordre de trente secondes et qu'on relamine la tôle intermédiaire après recuit dans un laminoir skin-pass, avec un taux de réduction compris entre 2,5 et 17 %.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé par le fait qu'on** calme l'acier au contact d'un laitier présentant une teneur ajustée en aluminium et en alumine.

6. Procédé suivant la revendication 5, **caractérisé par le fait qu'on** coule l'acier sous forme d'une brame dans une installation de coulée continue en atmosphère inerte.

7. Tôle mince en acier à ultra-bas carbone pour la réalisation de produits emboutis d'emballage renfermant en poids, entre 0,10 et 0,35 % de manganèse, moins de 0,006 % d'azote, moins de 0,025 % de phosphore, moins de 0,020 % de soufre, moins de 0,020 % de silicium, au plus 0,08 % d'un ou plusieurs des éléments cuivre, nickel et chrome ainsi que de l'aluminium, le reste de la composition étant constitué par du fer et des impuretés inévitables, la tôle mince étant obtenue par laminage à froid d'une tôle laminée à chaud par un premier laminage et par un second laminage séparés par un recuit en continu, **caractérisée par le fait que** l'acier de la tôle renferme au plus 0,006 % en poids de carbone et 0,010 % en poids d'aluminium, elle présente une structure homogène à grains équiaxes avec un indice de grains supérieur à 10 et qu'elle présente un coefficient de Lankford (r moyen) supérieur à 1,6 et un coefficient d'anisotropie plane ( $\Delta C$ ) voisin de 0.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines dünnen Bleches aus Stahl mit ultraniedrigem Kohlenstoffgehalt für die Herstellung von tiefgezogenen Produkten für die Verpackung, welches darin besteht:

- daß man einen beruhigten und im Vakuum entgasten Stahl herstellt, der zwischen 0,10 und 0,35 Gew.-% Mangan, weniger als 0,006 Gew.-% Stickstoff, weniger als 0,025 Gew.-% Phosphor, weniger als 0,020 Gew.-% Schwefel, weniger als 0,020 Gew.-% Silicium, höchstens 0,08 Gew.-% eines oder mehrerer der Elemente Kupfer, Nickel und Chrom sowie Aluminium enthält, wobei der Rest aus Eisen und unvermeidbaren Verunreinigungen gebildet wird,
- man den Stahl zu einer Bramme vergießt,
- die Bramme in der Wärme bei einer Temperatur oberhalb Ar3 walzt unter Bildung eines warmgewalzten Blechbandes,
- man das warmgewalzte Blech aufwickelt,
- man das warmgewalzte Blech in der Kälte zu einem kaltgewalzten Zwischenblech walzt,
- man das kaltgewalzte Zwischenblech kontinuierlich auf eine Temperatur unterhalb Ac1 wiedererwärmt,
- man das kaltgewalzte Zwischenblech bis zu einer Enddicke für das Tiefziehblech walzt,

**dadurch gekennzeichnet, daß** der Stahl in der Weise gebildet wird, daß er höchstens 0,006 Gew.-% Kohlenstoff und 0,010 Gew.-% Aluminium enthält, und man das warmgewalzte Blech bei einer Temperatur unterhalb 620°C, vorzugsweise zwischen 530 und 570°C, aufwickelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Stahl höchstens 0,001 Gew.-% Titan und 0,001 Gew.-% Niob enthält, und man das kaltgewalzte Blech während einer Zeitdauer von weniger als 3 Minuten und vorzugsweise von etwa 30 Sekunden auf eine Temperatur unterhalb 700°C erwärmt.

3. Verfahren nach Anspruch 2 für die Herstellung eines dünnen Bleches für das Tiefziehen nach dem Tiefziehen-Wiedertiefzieh-DRD-Verfahren, **dadurch gekennzeichnet, daß** das warmgewalzte Blech eine Dicke von etwa 2,3 mm besitzt und man das warmgewalzte Blech mit einem Walzgrad zwischen 85 und 89 % walzt, und man das kaltgewalzte Zwischenblech durch kontinuierliches Wiedererhitzen während etwa 20 Sekunden auf eine Temperatur von etwa 650°C wiedererwärmt, und das kaltgewalzte Zwischenblech mit einem Walzgrad zwischen 23 und 31 % in einem Skin-Pass-Walzwerk weiterwalzt.

4. Verfahren nach Anspruch 2 für die Herstellung eines Blechs für das Tiefziehen nach dem Tiefziehen-Wiedertiefzieh-DWI-Verfahren, **dadurch gekennzeichnet, daß** das warmgewalzte Blech eine Dicke von etwa 3 mm besitzt, man das warmgewalzte Blech mit einem Walzgrad von 90 bis 93 % in der Kälte walzt und man das kaltgewalzte Zwischenblech kontinuierlich während einer Zeitdauer von etwa 30 Sekunden auf eine Temperatur von etwa 670°C wiedererwärmt und man das Zwischenblech nach der Wiedererwärmung in einem Skin-Pass-Walzwerk mit einem Walzgrad zwischen 2,5 und 17 % erneut walzt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man den Stahl im Kontakt mit einer Schlacke, die einen an Aluminium und Aluminiumoxid eingestellten Gehalt aufweist, beruhigt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man den Stahl in einer kontinuierlich betriebenen Gießanlage unter einer inerten Atmosphäre zu einer Bramme vergießt.

7. Dünnnes Stahlblech mit ultraniedrigem Kohlenstoffgehalt für die Herstellung von tiefgezogenen Verpackungspro-

dukten, enthaltend zwischen 0,10 und 0,35 Gew.-% Mangan, weniger als 0,006 Gew.-% Stickstoff, weniger als 0,025 Gew.-% Phosphor, weniger als 0,020 Gew.-% Schwefel, weniger als 0,020 Gew.-% Silicium, höchstens 0,08 Gew.-% eines oder mehrerer der Elemente Kupfer, Nickel und Chrom, sowie Aluminium, wobei der Rest der Zusammensetzung gebildet wird aus Eisen und unvermeidbaren Verunreinigungen, und das dünne Blech erhalten worden ist durch Kaltwalzen eines Bleches, welches durch einen ersten Walzgang und einen zweiten Walzgang, die durch ein kontinuierliches Wiedererhitzen getrennt sind, warmgewalzt worden ist, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Stahl des Bleches höchstens 0,006 Gew.-% Kohlenstoff und 0,010 Gew.-% Aluminium enthält, eine homogene Struktur mit gleichachsigen Körnern mit einem Kornindex größer als 10 und einen Lankford-Koeffizienten ( $r$  mittel) größer als 1,6 und einen Ebenen-Anisotropie-Koeffizienten ( $\Delta C$ ) von etwa 0 besitzt.

## Claims

1. Method of making thin ultra-low-carbon steel sheetmetal for manufacturing deep drawn products for packaging in which:

- a killed and vacuum degassed steel is made including, by weight, between 0.10 and 0.35% of manganese, less than 0.006% of nitrogen, less than 0.025% of phosphorus, less than 0.020% of sulphur, less than 0.020% of silicon, at the most 0.08% of one or more of the elements copper, nickel and chromium as well as aluminium.

the remainder of the composition being made up of iron and unavoidable impurities;

- the steel is cast in the form of a bloom;
- the bloom is hot-rolled at a temperature above Ar3 to make a hot-rolled sheetmetal strip;
- the hot-rolled sheetmetal is coiled;
- the hot-rolled sheetmetal is cold-rolled in the form of an intermediate cold-rolled sheetmetal;
- the intermediate cold-rolled sheetmetal is continuously annealed at a temperature below Ac1;
- the intermediate cold-rolled sheetmetal is rolled again to a final thickness of the sheetmetal for deep drawing;

**characterised by** the fact that the steel is made in such a way as to include at the most 0.006% by weight of carbon and 0.010% by weight of aluminium and that the hot-rolled sheetmetal is coiled at a temperature below 620°C and preferably between 530 and 570°C inclusive.

2. Method according to Claim 1, **characterised by** the fact that the steel includes at the most 0.001% by weight of titanium and 0.001% by weight of niobium, and that the cold-rolled sheetmetal is annealed at a temperature below 700°C for less than 3 minutes and preferably for about 30 seconds.

3. Method according to Claim 2 for making thin sheetmetal for deep drawing using the deep-drawing/re-deep-drawing DRD process, **characterised by** the fact that the thickness of the hot-rolled sheetmetal is in the region of 2.3 mm, that the hot-rolled sheetmetal is rolled at a reduction rate between 85 and 89% inclusive, that the intermediate cold-rolled sheetmetal is annealed by continuous annealing at a temperature of around 650°C for about twenty seconds, and that the intermediate cold-rolled sheetmetal is rolled again on a skin-pass rolling mill at a reduction rate between 23 and 31% inclusive.

4. Method according to Claim 2 for making sheetmetal for deep drawing using the deep-drawing/re-deep-drawing DWI process, **characterised by** the fact that the thickness of the hot-rolled sheetmetal is in the region of 3 mm, that the hot-rolled sheetmetal is cold-rolled at a reduction rate of 90 to 93%, that the intermediate cold-rolled sheet metal is continuously annealed at a temperature around 670°C for about thirty seconds and that the intermediate sheet metal is rolled again after annealing in a skin-pass rolling mill, at a reduction rate between 2.5 and 17% inclusive.

5. Method according to any one of the Claims 1 to 4, **characterised by** the fact that the steel is killed in contact with a slag with an adjusted aluminium and alumina content.

6. Method according to Claim 5, **characterised by** the fact that the steel is cast in the form of a bloom in a continuous casting plant in an inert atmosphere.

7. Thin ultra-low-carbon steel sheetmetal for making deep drawn packaging products including by weight between

**EP 0 896 069 B1**

0.10 and 0.35% of manganese, less than 0.006% of nitrogen, less than 0.025% of phosphorus, less than 0.020% of sulphur, less than 0.020% of silicon, at the most 0.08% of one or more of the elements copper, nickel and chromium as well as aluminium, the remainder of the composition consisting of iron and unavoidable impurities, the thin sheetmetal being obtained by cold rolling a hot-rolled sheetmetal by an initial rolling and by a second rolling with continuous annealing in between, **characterised by** the fact that the steel of the sheetmetal includes at the most 0.006% by weight of carbon and 0.010%, by weight of aluminium, it has a homogeneous equispaced grain centre structure with a grain index above 10, and that it has a Lankford coefficient ( $r$  mean) above 1.6 and a flat anisotropic coefficient ( $\Delta C$ ) in the region of 0.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

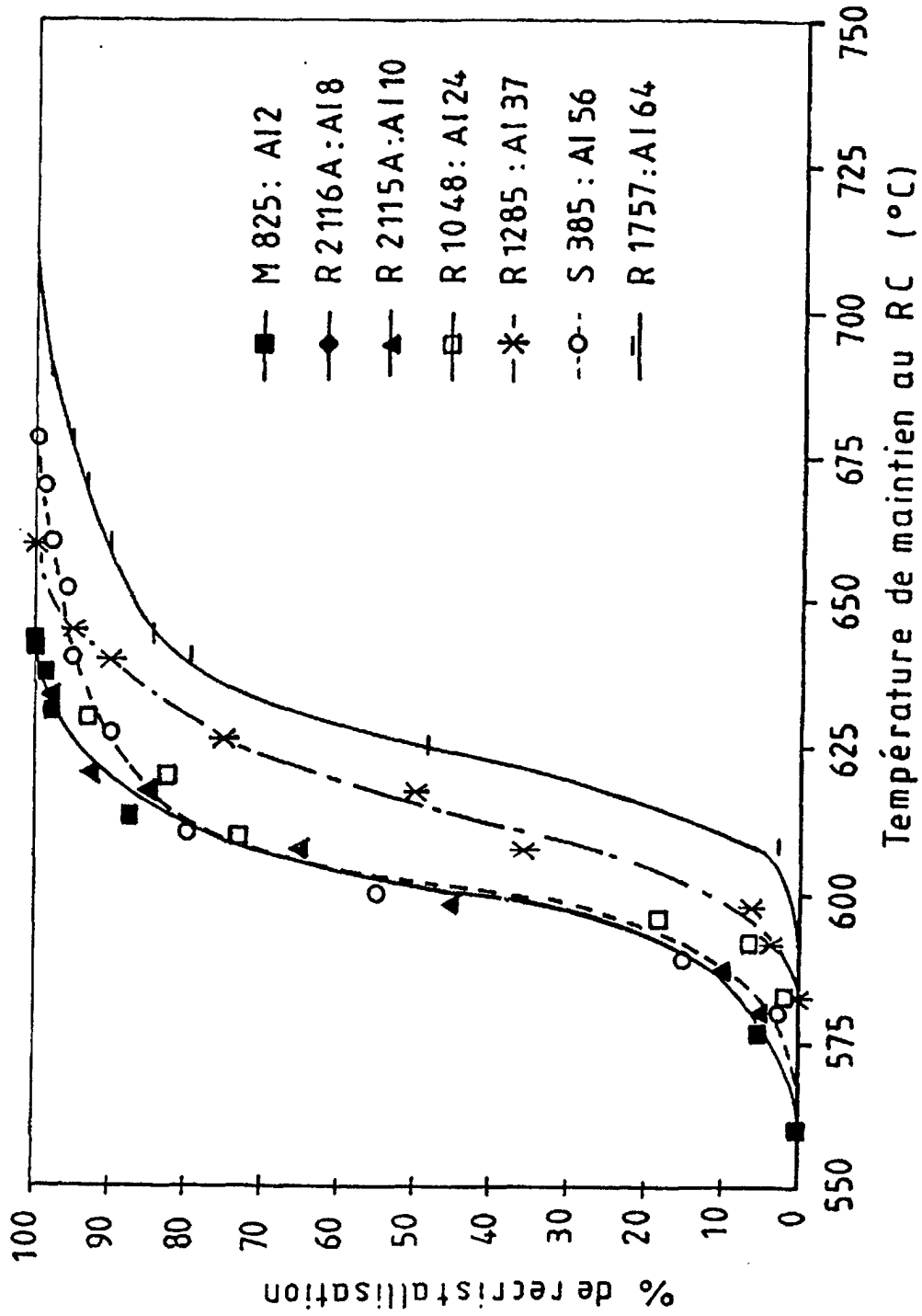
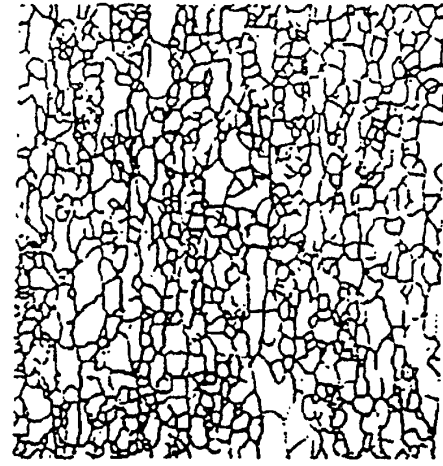
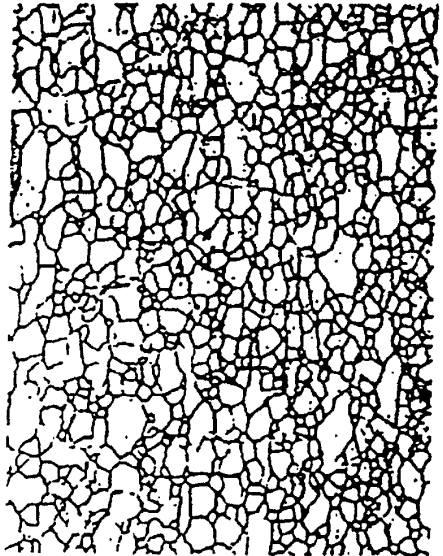


FIG.1



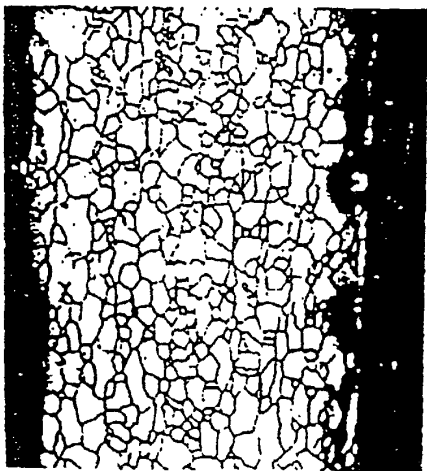
AI =  $2 \cdot 10^{-3}\%$  (Ig:10,5-1,0)

FIG. 2A



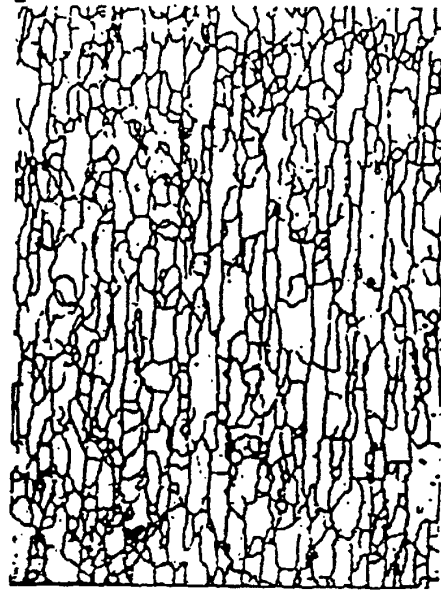
AI =  $8 \cdot 10^{-3}\%$  (Ig:10,5-1,0)

FIG. 2B



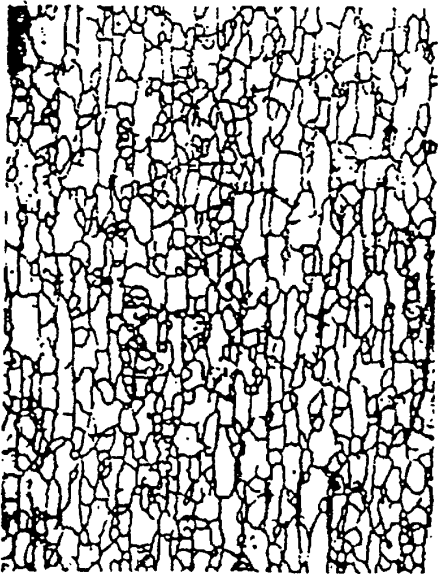
AI =  $24 \cdot 10^{-3}\%$  (Ig:10,8-1,0)

FIG. 2C



AI =  $37 \cdot 10^{-3}\%$  (Ig:11,0-1,4)

FIG. 2D



AI =  $64 \cdot 10^{-3}\%$  (Ig:11,5-2,0)

FIG. 2E

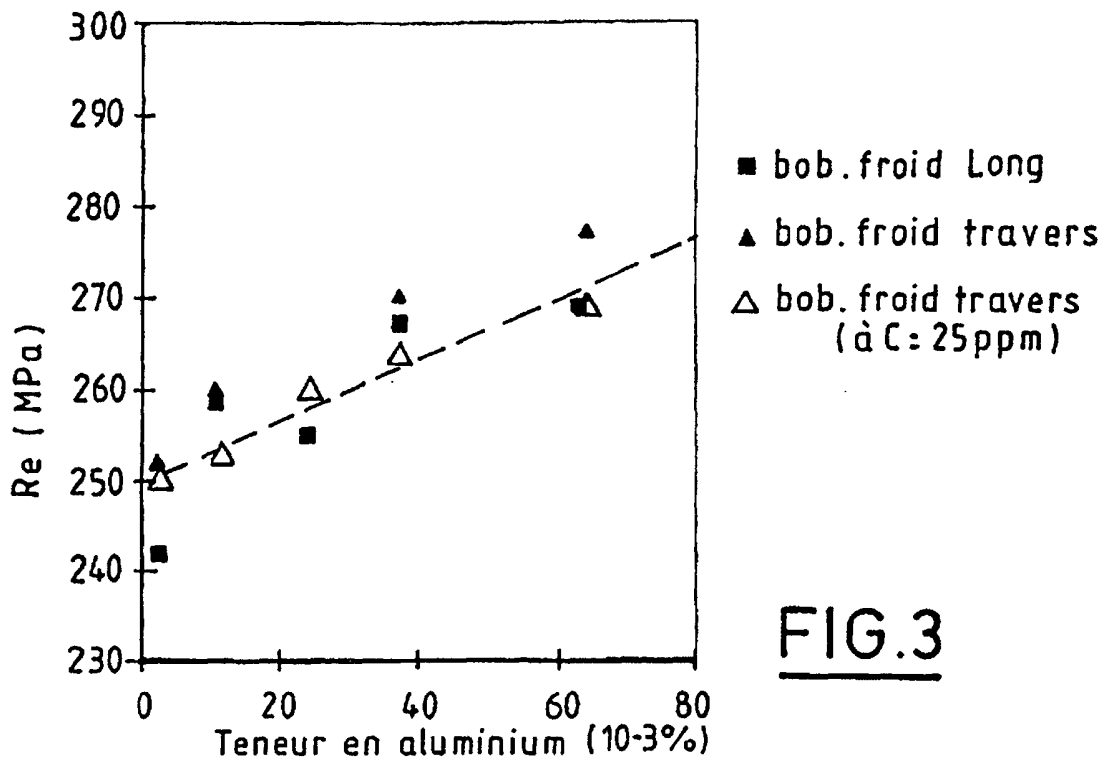


FIG. 3

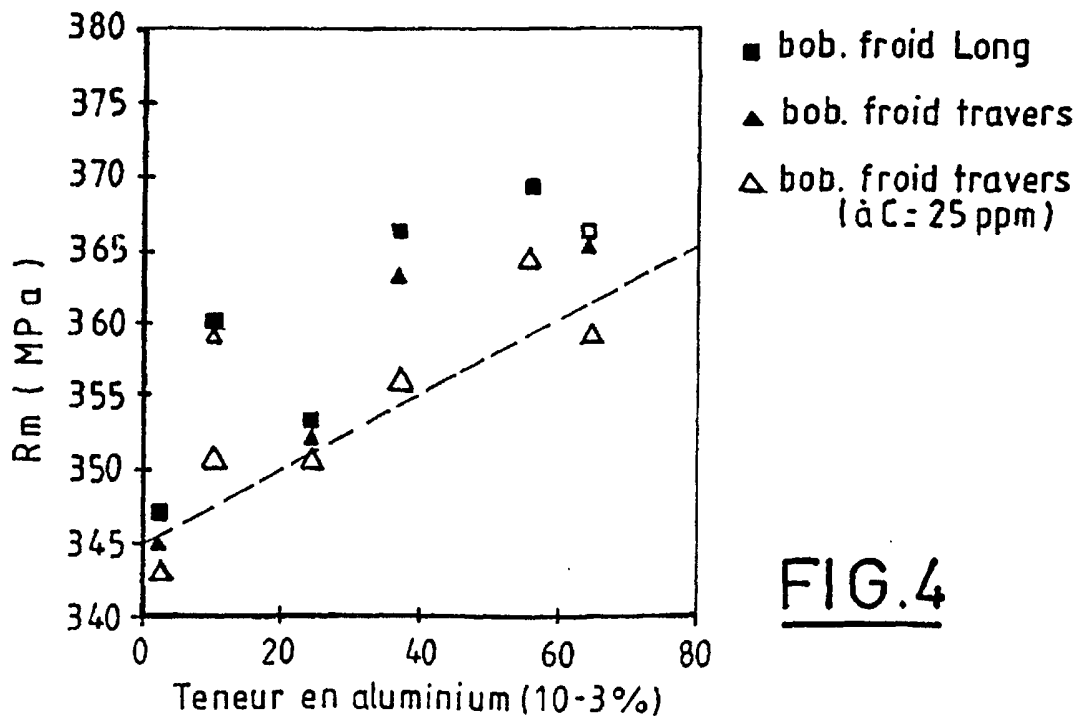
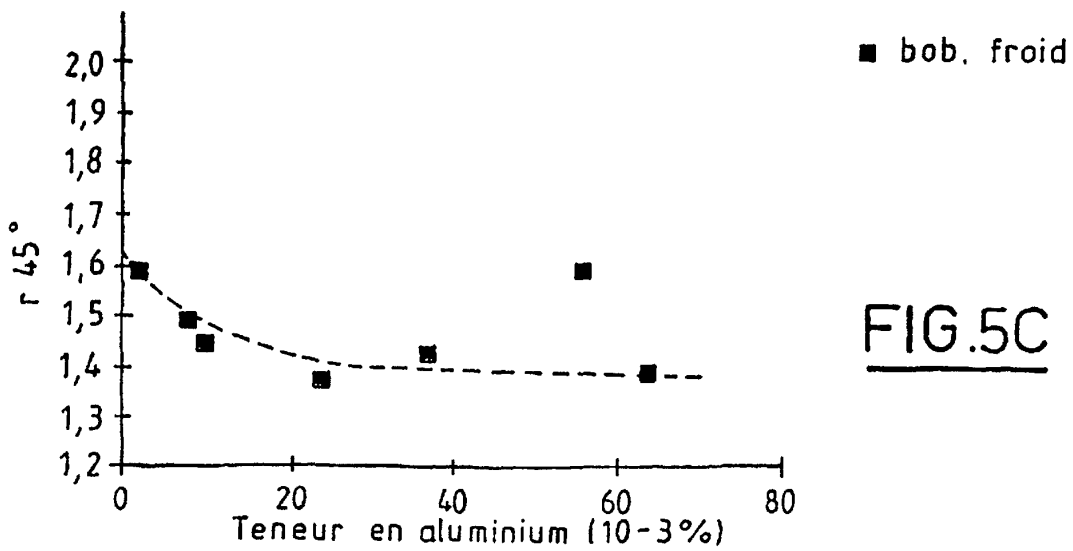
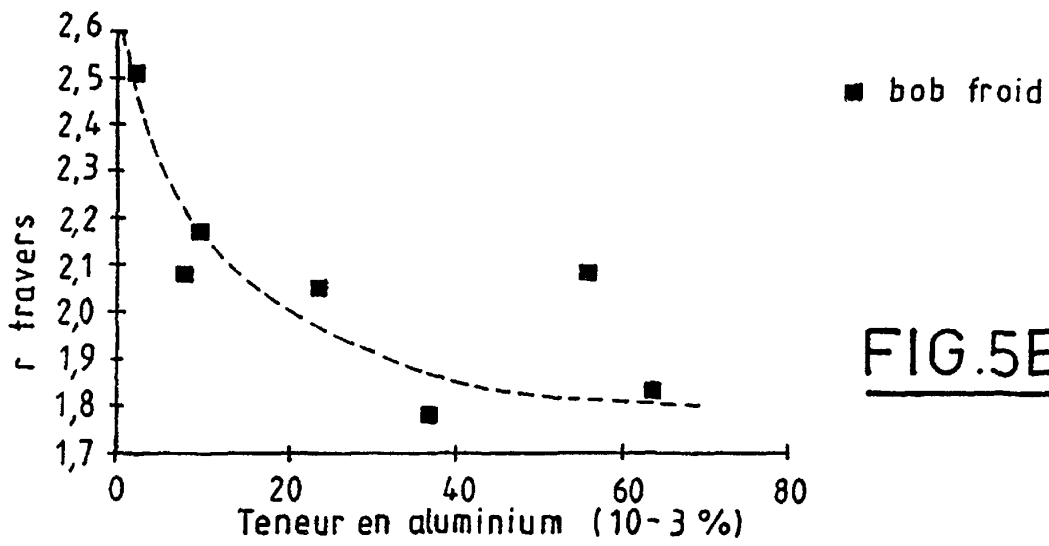
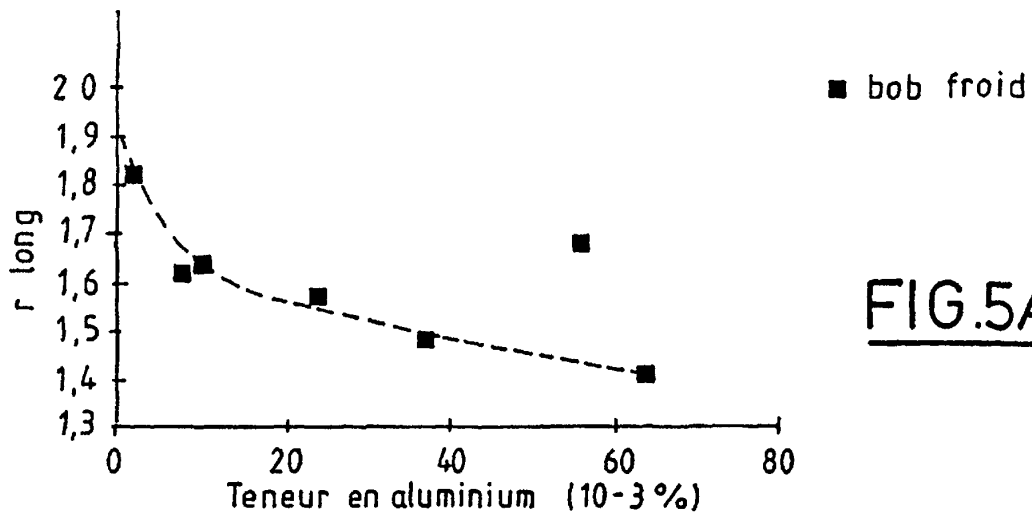


FIG. 4



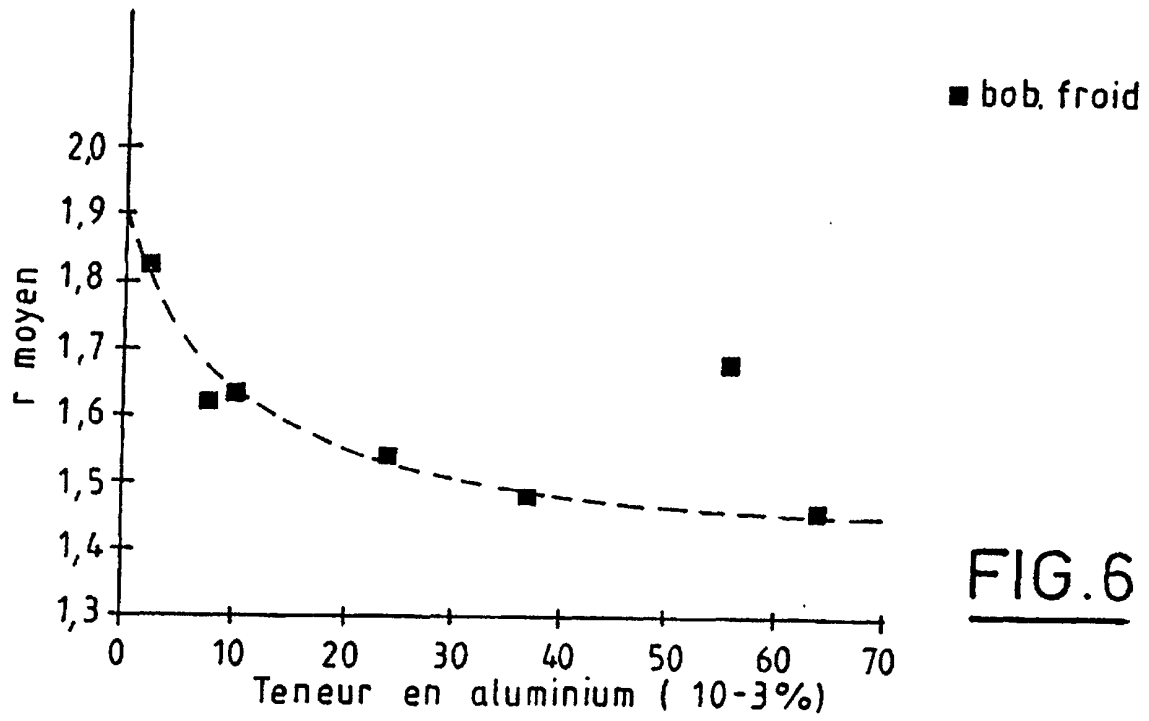


FIG.6