



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁷ : C21D 8/02, 1/18	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 00/03041 (43) Date de publication internationale: 20 janvier 2000 (20.01.00)								
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> (21) Numéro de la demande internationale: PCT/BE99/00088 (22) Date de dépôt international: 7 juillet 1999 (07.07.99) (30) Données relatives à la priorité: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 33%;">98202377.2</td> <td style="width: 33%;">8 juillet 1998 (08.07.98)</td> <td style="width: 33%;">EP</td> </tr> <tr> <td>98870255.1</td> <td>19 novembre 1998 (19.11.98)</td> <td>EP</td> </tr> </table> (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL SAMBRE, RD-CS [BE/BE]; B 57, boulevard de Colonster, B-4000 Liège (BE). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): EBERLE, Klaus [DE/DE]; Eichenstrasse 3, D-71126 Gaufelden-Nebringen (DE). HARLET, Philippe [BE/BE]; 9, rue Canada, B-6042 Ransart (BE). CANTINIEAUX, Pierre [BE/BE]; 8, rue de Gourdinnes, B-5651 Thy-le-Château (BE). (74) Mandataires: CALLEWAERT, Jean etc.; Gevers & Vander Haeghen, 7, rue de Livourne, B-1060 Bruxelles (BE). </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> (81) Etats désignés: AE, AM, AT (modèle d'utilité), AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CU, CZ, CZ (modèle d'utilité), DE (modèle d'utilité), DK (modèle d'utilité), EE, EE (modèle d'utilité), FI (modèle d'utilité), GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RU, SD, SG, SK, SK (modèle d'utilité), SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.</i> </td> </tr> </table>			(21) Numéro de la demande internationale: PCT/BE99/00088 (22) Date de dépôt international: 7 juillet 1999 (07.07.99) (30) Données relatives à la priorité: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 33%;">98202377.2</td> <td style="width: 33%;">8 juillet 1998 (08.07.98)</td> <td style="width: 33%;">EP</td> </tr> <tr> <td>98870255.1</td> <td>19 novembre 1998 (19.11.98)</td> <td>EP</td> </tr> </table> (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL SAMBRE, RD-CS [BE/BE]; B 57, boulevard de Colonster, B-4000 Liège (BE). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): EBERLE, Klaus [DE/DE]; Eichenstrasse 3, D-71126 Gaufelden-Nebringen (DE). HARLET, Philippe [BE/BE]; 9, rue Canada, B-6042 Ransart (BE). CANTINIEAUX, Pierre [BE/BE]; 8, rue de Gourdinnes, B-5651 Thy-le-Château (BE). (74) Mandataires: CALLEWAERT, Jean etc.; Gevers & Vander Haeghen, 7, rue de Livourne, B-1060 Bruxelles (BE).	98202377.2	8 juillet 1998 (08.07.98)	EP	98870255.1	19 novembre 1998 (19.11.98)	EP	(81) Etats désignés: AE, AM, AT (modèle d'utilité), AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CU, CZ, CZ (modèle d'utilité), DE (modèle d'utilité), DK (modèle d'utilité), EE, EE (modèle d'utilité), FI (modèle d'utilité), GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RU, SD, SG, SK, SK (modèle d'utilité), SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.</i>
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/BE99/00088 (22) Date de dépôt international: 7 juillet 1999 (07.07.99) (30) Données relatives à la priorité: <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 33%;">98202377.2</td> <td style="width: 33%;">8 juillet 1998 (08.07.98)</td> <td style="width: 33%;">EP</td> </tr> <tr> <td>98870255.1</td> <td>19 novembre 1998 (19.11.98)</td> <td>EP</td> </tr> </table> (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL SAMBRE, RD-CS [BE/BE]; B 57, boulevard de Colonster, B-4000 Liège (BE). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): EBERLE, Klaus [DE/DE]; Eichenstrasse 3, D-71126 Gaufelden-Nebringen (DE). HARLET, Philippe [BE/BE]; 9, rue Canada, B-6042 Ransart (BE). CANTINIEAUX, Pierre [BE/BE]; 8, rue de Gourdinnes, B-5651 Thy-le-Château (BE). (74) Mandataires: CALLEWAERT, Jean etc.; Gevers & Vander Haeghen, 7, rue de Livourne, B-1060 Bruxelles (BE).	98202377.2	8 juillet 1998 (08.07.98)	EP	98870255.1	19 novembre 1998 (19.11.98)	EP	(81) Etats désignés: AE, AM, AT (modèle d'utilité), AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CU, CZ, CZ (modèle d'utilité), DE (modèle d'utilité), DK (modèle d'utilité), EE, EE (modèle d'utilité), FI (modèle d'utilité), GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RU, SD, SG, SK, SK (modèle d'utilité), SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> <i>Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.</i>			
98202377.2	8 juillet 1998 (08.07.98)	EP								
98870255.1	19 novembre 1998 (19.11.98)	EP								
(54) Title: FLAT PRODUCT, SUCH AS SHEET METAL, MADE OF STEEL WITH HIGH YIELD STRENGTH HAVING GOOD DUCTILITY AND METHOD FOR MAKING SAME (54) Titre: PRODUIT PLAT, TEL QUE TOLE, D'UN ACIER A HAUTE LIMITE D'ELASTICITE MONTRANT UNE BONNE DUCTILITE ET PROCEDE DE FABRICATION DE CE PRODUIT										
(57) Abstract The invention concerns a flat product made of multiphase steel and a method for preparing said steel comprising the following steps: hot rolling at a temperature at which the austenitic phase is stable; tempering to form a C and Mn-enriched phase in a ferrite matrix; heat treatment to form austenite islands and/or enriching in Mn the already formed austenite and cooling down to room temperature so as to obtain a final product with a ferrite matrix containing residual austenite, bainite and/or martensite islands.										

(57) Abrégé

L'invention est relative à un produit plat en acier multiphasé et à un procédé de préparation de cet acier qui peut être obtenu par les étapes suivantes: le laminage à chaud à une température à laquelle la phase austénitique est stable, un revenu pour former une phase enrichie en C et Mn dans une matrice de ferrite, un traitement thermique pour former des îlots d'austénite et/ou enrichir en Mn de l'austénite déjà formée et un refroidissement jusqu'à la température ambiante de manière à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'austénite résiduelle, de bainite et/ou de martensite.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

“Produit plat, tel que tôle, d'un acier à haute limite d'élasticité montrant une bonne ductilité et procédé de fabrication de ce produit.”

La présente invention est relative à un produit plat, tel qu'une tôle, en acier, contenant du Mn, à phases multiples avec une matrice de ferrite.

Des aciers à haute résistance comme les aciers rephosphorés, les aciers microalliés, les aciers “bake-hardening”, sont largement utilisés pour les pièces d'automobiles. Des tôles réalisées en un tel acier exigent une résistance suffisante pour répondre à la sécurité des automobiles et doivent, de plus, avoir des propriétés excellentes de mise en forme.

Il est également connu que la résistance et la ductilité d'un acier multiphasé peuvent être améliorées par une microstructure multiphasée combinée éventuellement avec une transformation induite de plasticité (“transformation induced plasticity, “TRIP”) d'austénite résiduelle en martensite.

L'effet “TRIP” a pour la première fois été découvert par Zackay et al dans des aciers contenant de grandes quantités de nickel et de chrome.

Toutefois, la présence dans ces aciers de grandes quantités de tels éléments d'alliage pose des problèmes pour la fabrication d'aciers dans des conditions économiquement rentables.

Il y a encore lieu de remarquer qu'un acier contenant une quantité significative d'austénite résiduelle peut être obtenu par l'addition

-2-

de silicium et de manganèse et par un laminage à chaud à cycle thermique contrôlé ou d'un laminage à froid suivi par un recuit intercritique combiné avec un maintien bainitique produisant une structure formée de plusieurs phases et avec des zones isolées ou îlots d'austénite résiduelle qui est stable à température ambiante.

Un tel acier est notamment connu par le document US-A-4.544.422 et les articles de Gregory H. Haidemonopoulos "Austenite stabilisation from direct cementite conversion in low-alloy steels", dans Steel Research 67 (1996) n° 3, p. 93 à 99, et "Modelling of austenite stability in low-alloy triple-phase steels" Steel Research 67 (1996) n° 11, p. 513 à 519.

Ces aciers connus et leur élaboration présentent toutefois certains inconvénients non négligeables. En effet, ces aciers nécessitent en général de grandes quantités d'éléments d'addition.

De plus, le fait que dans ces aciers connus la teneur en silicium est généralement relativement élevée, de l'ordre de 1,25 à 1,50 % de Si, donne une tôle d'acier présentant certains défauts de surface appelés "langues de chat", qui sont créés lors du laminage à chaud. Par ailleurs, ces aciers connus posent des problèmes lors du revêtement métallique au trempé, tel que la galvanisation, dus à la fragilisation du revêtement et aux problèmes de mouillabilité du métal liquide destiné à former le revêtement.

Un des buts essentiels de la présente invention est de proposer une tôle d'acier permettant de remédier aux inconvénients précités et qui, ainsi, convient particulièrement bien pour la galvanisation tout en pouvant être fabriqué suivant un procédé économiquement très favorable.

L'acier, suivant l'invention, présente des propriétés améliorées de résistance et de ductilité, tout en ayant une teneur extrêmement réduite en silicium, de sorte qu'il convient tout

-3-

particulièrement pour la mise en forme et le traitement de surface dans l'industrie automobile.

A cet effet, la tôle d'acier suivant l'invention, a une structure et des propriétés qui sont susceptibles d'être obtenues par un procédé
5 tel que défini dans la revendication 1.

Avantageusement, l'acier suivant l'invention présente la composition chimique suivante : 0,05 à 0,8 % de C; 0,2 à 3,0 % de Mn; Si $\leq$ 1,0 %; B $\leq$ 0,100 %; Ti, Nb, Zr et V chacun $\leq$ 0,200 %, Al $\leq$ 0,400 %; N $\leq$ 0,100 %; P $\leq$ 0,100 %; Cr, Ni et Cu chacun $\leq$ 2,000 %; Mo $\leq$
10 0,500 %.

L'invention concerne également le procédé précité particulier pour la fabrication du produit plat en acier, suivant l'invention.

Suivant une forme de réalisation particulière de ce procédé le revenu précité est réalisé à une température inférieure à la
15 température eutectoïde (A_1), de manière à former de la cémentite et de faire diffuser des éléments carburigènes, tels que du Mn dans cette cémentite.

Suivant une forme de réalisation préférentielle, le procédé suivant l'invention comprend une étape de refroidissement jusqu'à la
20 température ambiante après l'étape de maintien ou de revenu précitée, cette étape étant alors suivie d'une étape de laminage à froid avant l'étape du traitement thermique précité.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre d'exemple non limitatif, de
25 quelques formes de réalisation particulières de l'invention avec référence aux dessins annexés.

Les figures 1 à 15 concernent des graphiques schématiques de la température de traitement en °C, en fonction du temps de traitement de l'acier, illustrant les différentes étapes du
30 procédé suivant l'invention.

- 4 -

Les figures 16 à 23 sont des représentations schématiques d'une coupe transversale de différentes microstructures de l'acier suivant l'invention.

Dans les différentes figures, les mêmes chiffres de
5 référence désignent des éléments analogues ou identiques.

D'une façon générale, l'invention concerne un acier multiphasé se présentant de préférence sous forme de tôle et comprenant une matrice de ferrite dans laquelle sont répartis des îlots d'au moins une des phases suivantes : bainite, martensite ou austénite
10 résiduelle qui est également stable à température ambiante, et qui montre éventuellement une transformation induite de plasticité ("TRIP"). De plus, la matrice de ferrite peut être renforcée par des précipités secondaires des éléments de micro-alliage.

Du point de vue chimique, cet acier peut contenir de 0,05 à
15 0,8 % de carbone, 0,2 à 3,0 % de manganèse et moins de 1 % de silicium. Toutefois, suivant l'invention, une préférence est donnée aux aciers contenant le moins possible de silicium, par exemple moins de 0,5 %, de préférence tout au plus 0,4 % ou même moins que 0,2 %.

En plus des éléments précités, cet acier peut avoir une
20 faible teneur volontairement ajustée en bore, titane, niobium, zirconium, vanadium, aluminium, azote, phosphore, chrome, nickel, cuivre, molybdène et des traces d'impuretés généralement inévitables lors de la préparation de l'acier, le restant étant du fer.

Plus particulièrement, pour l'acier suivant l'invention, la
25 concentration des divers éléments précités est avantageusement comme suit : $B \leq 0,100 \%$; Ti, Nb, Zr et V chacun $\leq 0,200 \%$, $Al \leq 0,400 \%$; $N \leq 0,100 \%$; $P \leq 0,100 \%$; Cr, Ni et Cu $\leq 2,000 \%$ chacun; $Mo \leq 0,500 \%$.

Comme déjà mentionné ci-dessus, l'invention concerne également un procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier multiphasé
30 répondant à la composition chimique précitée, suivant lequel on soumet

-5-

cet acier par exemple sous forme d'une brame, aux étapes successives suivantes :

- 5 – le laminage à chaud de cet acier à une température à laquelle la phase austénitique est stable, c'est-à-dire à une température supérieure à la température de transformation de l'austénite (A_3),
 - 10 – un revenu ou maintien de la tôle bobinée à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde (A_1) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en éléments carburigènes et/ou gammagènes, tels que du C et Mn dans une matrice de ferrite,
 - 15 – un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde susdite (A_1) et inférieure à la température de formation d'austénite (A_3) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes, tels que du Mn de l'austénite déjà formée, et
 - 20 – un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.
- Le traitement thermique précité peut être précédé ou suivi d'un laminage à froid.

En fait, l'invention consiste à présenter un acier contenant simultanément au moins deux phases telles que ferrite/austénite résiduelle ou ferrite/bainite, ferrite/martensite, ferrite/bainite/martensite
25 avec ou sans austénite résiduelle et une teneur très réduite en silicium, ayant, en plus, une structure et des propriétés d'un acier obtenu par le procédé tel que défini ci-dessus.

Dans ce procédé, on peut généralement détecter trois
30 étapes successives importantes.

- 6 -

Dans la première étape a lieu un laminage à chaud d'un acier, répondant à la composition chimique précitée, au-dessus de la température A_3 , qui est la température de transformation de l'austénite en ferrite et qui dépend de la composition chimique de l'acier. Le réchauffement de la bramme a lieu à des températures de 1100°C à 1350°C. pendant 130 à 250 minutes. Cette étape peut être considérée comme l'étape d'austénisation au cours de laquelle on évite la formation de ferrite et de perlite et où l'on maintient le C et le Mn en solution. Le laminage à chaud comprend un laminage de dégrossissage suivi d'un laminage de finition qui ont lieu à une température supérieure à la température A_3 .

Ce laminage à chaud peut alors éventuellement être suivi d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante et ceci d'une manière telle à former une microstructure de la bainite et/ou de la martensite, tout en évitant la formation de ferrite et de perlite.

Ce refroidissement a de préférence au moins partiellement lieu sur une table de refroidissement appelée "Runout table" ou par un outil de refroidissement accéléré appelé "Ultra Fast Cooling".

Dans la deuxième étape, après le bobinage de la tôle obtenue par le laminage précité, au cours duquel la tôle continue à se refroidir, et après le décapage, a lieu le revenu qui peut, par exemple, être réalisé par un chauffage dans un four de recuit cloche jusqu'à une température située entre 300°C et 50°C au-dessus de la température eutectoïde A_1 . Cette température est maintenue pendant au moins 4 heures et de préférence jusque tout au plus 200 heures.

Pour quelques chemins thermomécaniques développés, il existe une combinaison du laminage à chaud directement suivi par un maintien ou revenu sans refroidissement de la tôle à température ambiante.

Le produit plat, lors du maintien ou revenu, est encore recouvert à la surface par un oxyde de fer appelé "calamine".

-7-

Les avantages rencontrés de la calamine lors du maintien ou du revenu sont les suivants : aucun problème du collage des spires lors du maintien ou revenu, et aucun problème de décarburation de la surface de la tôle même sans utilisation d'une atmosphère réductrice
5 dans la cloche d'isolation ou dans la cloche de recuit.

Dans la troisième étape a lieu un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde A_1 et inférieure à la température de formation d'austénite A_3 .

Ce traitement thermique peut être réalisé soit directement
10 après le revenu, soit après un refroidissement éventuellement combiné avec un laminage à froid. Il est de toute façon suivi d'un refroidissement contrôlé jusqu'à la température ambiante. Le but essentiel de cette opération est d'obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite
15 résiduelle, bainite et martensite. La quantité relative de ces phases est essentiellement fonction de la composition chimique de départ de l'acier traité et des conditions particulières dans lesquelles les différentes étapes sont exécutées.

Plus particulièrement, la teneur en C détermine le volume
20 maximum de ferrite et permet de diminuer sensiblement la température de départ de martensite M_s suivant la formule :

$$M_s = 539 - 423 \times C - 30,4 \times Mn - 7,5 \times Si$$

(Formule d'Andrews)

La teneur en C contrôle le temps de départ dans un
25 diagramme de refroidissement continu et la cinétique de formation de ferrite et de bainite.

Ainsi, le choix de la teneur en C permet d'obtenir une microstructure de martensite et/ou de bainite durant le refroidissement sur une table de train à larges bandes appelée "runout table" ou par un
30 dispositif de refroidissement accéléré appelé "Ultra Fast Cooling".

-8-

Le carbone est un élément interstitiel qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Dans une microstructure de revenu, une phase riche en carbone appelée "carbure de fer" ou "cémentite" se forme. Par la teneur de carbone, la fraction de cette phase formée peut être contrôlée. Le manganèse est connu comme élément qui augmente la trempabilité d'un acier et comme un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le manganèse peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par le manganèse) lors d'un traitement de revenu.

10 Le choix de la teneur en manganèse permet d'influencer la zone de formation de bainite dans un diagramme de refroidissement continu et dans le diagramme de maintien isothermique. Le manganèse permet de diminuer la température de départ de la formation de martensite et d'améliorer, par conséquent, la stabilité de la phase austénitique.

15 Le silicium est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Il est alpha-gène, cela veut dire qu'il augmente la température de la formation de ferrite lors du refroidissement. A une teneur en Si plus élevée, certains défauts de surface appelés "langue de chat", qui sont créés lors du laminage à chaud, peuvent apparaître. Par ailleurs, ces aciers connus posent des problèmes lors du revêtement métallique au trempé, tel que la galvanisation, dus à la fragilisation du revêtement et aux problèmes de mouillabilité du métal liquide destiné à former le revêtement.

20 Le silicium stabilise le carbone en solution dans l'austénite et dans la bainite par une inhibition de la précipitation de cémentite. Cet effet s'explique par le fait que le silicium est relativement peu soluble dans la cémentite, ce qui nécessite l'éjection contrôlée, par diffusion, de silicium dans le front de transformation. Cela cause une inhibition de croissance des embryons de cémentite.

25

30

-9-

Les éléments, constitués par le niobium, le vanadium, le zirconium et le titane, seuls ou en combinaison, sont utilisés en faible quantité pour former des carbures, nitrures ou carbonitrures de manière à pouvoir bloquer l'accroissement des grains durant le réchauffement du slab et à pouvoir augmenter la résistance par l'effet de précipitation

Lors du laminage à chaud, lors du refroidissement sur la table de refroidissement et/ou dans la bobine après bobinage, un effet d'augmentation de la résistance par l'effet de précipitation peut avoir lieu.

A l'état non précipité, cela veut dire à l'état en solution dans la maille cristalline de ferrite, les éléments de microalliage peuvent mener à un effet d'augmentation de la résistance lors d'un traitement de revenu par précipitation secondaire.

L'aluminium est utilisé pour fixer l'azote en solution en formant des nitrures d'aluminium. Les nitrures d'aluminium ont, de plus, un effet positif en réduisant l'accroissement des grains d'austénite jusqu'à une température de l'ordre de 1150°C pendant le réchauffement de l'acier lors du laminage à chaud.

L'aluminium est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier et qui stabilise le carbone en solution dans l'austénite et dans la bainite par une inhibition de la précipitation de cémentite. Cet effet s'explique par le fait que l'aluminium est relativement peu soluble dans la cémentite, ce qui nécessite l'éjection contrôlée, par diffusion, d'aluminium dans le front de transformation. Cela provoque une inhibition de croissance des embryons de cémentite.

Le phosphore a un effet positif sur la résistance de l'acier, mais doit également être maintenu assez réduit pour éviter des effets de fragilisation. L'azote est une impureté dont la teneur doit être maintenue aussi réduite que possible.

-10-

L'azote est un élément interstitiel qui durcit les phases ferritiques dans l'acier et, en solution dans l'acier, il augmente la sensibilité au vieillissement.

En quantités très réduites, le bore se dépose dans les joints
5 de grains et augmente ainsi la ductilité. Le bore nuit également à la formation des phases, qui sont obtenues par diffusion, telles que les phases de ferrite et de perlite. Le bore augmente la trempabilité de l'acier lors du laminage à chaud. Le bore forme des précipités avec l'azote en solution.

10 A une température pour laquelle la formation de bainite a lieu, le bore diminue la cinétique de la formation de bainite. Le bore peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution du carbone par le bore) ou par précipitation couplée des borocarbures de fer et des carbures de fer lors d'un traitement de revenu à une
15 température d'activation suffisante.

Le molybdène est un élément de substitution, il durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le molybdène est connu comme élément qui augmente la trempabilité d'un acier. Le molybdène peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par
20 le molybdène) ou par précipitation couplée des carbures de fer avec les carbures de molybdène lors d'un traitement de revenu à une température d'activation suffisante.

Le chrome est un élément de substitution qui durcit les phases ferritiques dans l'acier. Le chrome est connu comme élément qui
25 augmente la trempabilité d'un acier et peut être enrichi par réaction d'échange dans les carbures de fer (substitution de fer par le chrome) ou par précipitation couplée des carbures de fer avec les carbures de chrome lors d'un traitement de revenu à une température d'activation suffisante.

-11-

Le nickel et le cuivre sont des éléments de substitution qui durcissent les phases ferritiques dans l'acier et qui sont connus comme éléments qui augmentent la trempabilité d'un acier.

Signalons encore qu'un traitement thermique, tel qu'un revenu ou un recuit, à une température située entre les températures A_1 et A_3 est appelée "revenu ou recuit intercritique".

Dans certaines des étapes du procédé décrit ci-dessus ainsi que dans certaines des formes de réalisation particulières de ce procédé exposé ci-après, on fait mention d'un refroidissement dit "lent", d'un refroidissement dit "rapide" et/ou d'un refroidissement dit "accéléré".

D'une façon générale, le "refroidissement lent" correspond généralement à une diminution de la température de 10° à 40°C par heure, dépendant de l'épaisseur de la tôle, de la composition de l'acier et de la température initiale de la tôle.

Par contre, par le "refroidissement rapide", qui a généralement lieu au moyen d'un fluide correspond généralement à une diminution de la température de 10 à 300°C par seconde, dépendant de l'épaisseur de la tôle, de la composition de la tôle et de la température initiale de la tôle.

Un refroidissement accéléré par trempe de la bobine enroulée dans un liquide correspond généralement à une diminution de la température avec une vitesse supérieure à 10°C par minute.

Les graphiques représentés schématiquement aux figures 1 à 15 illustrent quelques formes d'exécution particulières de ce procédé, qui est appliqué sur une brique ou un lingot d'acier répondant à la composition précitée et ayant suivi un réchauffage à des températures de 1100°C à 1350°C pendant 130 à 250 minutes..

Dans la première forme de réalisation suivant la figure 1, après la première étape, comprenant le laminage à chaud dans le domaine austénitique au-dessus de la température A_3 , représenté par le segment de droite 1, suivi du refroidissement, représenté par le segment

-12-

de droite 2, pour obtenir une structure trempée de bainite et/ou de martensite, et la deuxième étape formée par le revenu, représenté par la référence 3, qui a lieu par recuit "cloche" à une température comprise entre 300°C et la température A_1 , pendant au moins 4 heures, on obtient

5 une tôle comprenant des carbures de fer (cémentite) dans lesquelles les éléments carburigènes, tels que le Mn a diffusé, plus particulièrement de la cémentite enrichie en manganèse, chrome, molybdène et/ou bore et éventuellement des précipités secondaires formés de micro-alliage de ces éléments dans la matrice de ferrite.

10 Par recuit "cloche", il y a lieu d'entendre en fait un recuit discontinu effectué sur une tôle enroulée en bobine dans un four maintenu à la température souhaitée.

Après un refroidissement 5, lent ou accéléré par trempe, la tôle a été soumise à la troisième étape, qui comprend le traitement

15 thermique précité 4, formé soit d'un recuit en continu dans la zone de température située entre la température A_1 et A_3 , de préférence de tout au plus 900°C, pendant 1 seconde à 5 minutes, soit d'un recuit "cloche" intercritique dans la zone de température susdite. Pendant ce recuit a lieu la transformation des carbures (cémentite) en austénite, dont la

20 composition chimique sera enrichie par les éléments contenus et les carbures avec une germination de l'austénite aux joints du grain cémentite/ferrite. Ce recuit est alors suivi d'un refroidissement rapide, lié à la technologie classique du recuit en continu qui est un recuit d'une tôle déroulée, ou d'un refroidissement lent ou accéléré par trempe, qui,

25 dans ce cas, peut être réalisé sur une tôle en bobine.

Dans le cas d'un recuit en continu, des bandes de tôle déroulée sont soudées bout à bout de manière à obtenir en pratique une bande sans fin. Ainsi, dans un tel cas, la durée de recuit est extrêmement limitée et est généralement comprise entre quelques

30 secondes et quelques minutes, alors que le recuit cloche prend

-13-

généralement plusieurs heures. Dans ce dernier cas, si nécessaire, un refroidissement accéléré par trempe peut également être appliqué.

Par ailleurs, si nécessaire, un décapage de la calamine peut être appliqué avant ou après la deuxième étape précitée. Le
5 décapage peut être réalisé soit par une attaque chimique de la calamine dans un bain d'acide soit par une réduction de la calamine lors d'un recuit en une atmosphère réductrice riche en hydrogène.

Enfin, la tôle est soit non revêtue, soit revêtue par dépôt
10 métallique électrochimique, soit galvanisée par exemple après la mise en forme.

La figure 2 concerne une deuxième forme de réalisation du procédé suivant l'invention qui se distingue par rapport à celle de la figure 1 par le fait que le revenu 3 par recuit cloche est réalisé à une température inférieure à la température A_1 et est immédiatement suivi
15 par le traitement thermique 4 formé par un revenu intercritique par recuit cloche entre la température A_1 et une température de 50°C au-dessus de cette température A_1 .

Dans ce cas, un chauffage relativement lent peut avoir lieu entre le revenu 3 et le traitement thermique 4, au cours duquel se forme
20 également de l'austénite résiduelle. Ce traitement thermique 4 est alors suivi d'un refroidissement 5, qui peut être un refroidissement lent généralement lié à la technologie classique de recuit cloche ou un refroidissement accéléré par trempe.

La troisième forme de réalisation, illustrée par la figure 3,
25 se distingue par rapport aux deux précédentes par le fait que le revenu 3, comme le traitement thermique précité 4, ont lieu à la même température qui est supérieure à la température A_1 et inférieure à la température $A_1 + 50^\circ\text{C}$, de manière à constituer ainsi une seule et même opération.

30 Au cours du chauffage, qui précède cette opération, commence la formation d'une microstructure de fines particules de

-14-

cémentite avec des noyaux pour des germes d'austénite lors de l'austénisation à la température du revenu 3 et du traitement thermique 4. Comme dans la forme de réalisation précédente, cette opération est alors suivie d'un refroidissement lent ou accéléré 5, comme dans les deux formes de réalisations précédentes.

La quatrième forme de réalisation, illustrée par la figure 4, se distingue par rapport à la troisième forme de réalisation par le fait que le laminage à chaud 1 est suivi d'abord d'un refroidissement 2 et d'un bobinage à une température t_2 , inférieure à la température du début de la formation de bainite, et ensuite directement du revenu 3, notamment d'un recuit "cloche" de la bobine noire, c'est-à-dire non décapée. Le décapage peut avoir lieu après le refroidissement 5.

La cinquième forme de réalisation, illustrée par la figure 5, se distingue par rapport à la précédente par le fait que le bobinage, après le laminage à chaud 1, a lieu à une température t_2 pour laquelle la microstructure est composée de ferrite/perlite ou ferrite/perlite/bainite.

Comme variante aux formes de réalisation des figures 4 et 5, on peut, comme dans la deuxième forme de réalisation et comme indiqué en traits interrompus 3' sur ces figures 4 et 5, réaliser le revenu 3 à une température inférieure à la température A_1 .

La sixième forme de réalisation, illustrée par la figure 6, se différencie par rapport à la précédente par le fait que, d'une part, le bobinage de la tôle, après le laminage à chaud, a lieu à une température supérieure à la température A_1 et inférieure à la température $A_1 + 50^\circ\text{C}$, ceci pour garder une fraction d'austénite non transformée et que, d'autre part, ce bobinage est suivi d'un maintien sensiblement à cette température sous une cloche d'isolation pendant au moins 4 heures pour enrichir l'austénite non transformée en éléments gammagènes, tels que le manganèse et/ou bore.

Les formes de réalisation précédentes permettent d'obtenir un produit laminé à chaud (LAC) pouvant présenter plusieurs types de

-15-

microstructures, dont la nature est liée à la composition chimique de l'austénite formée et à la vitesse de refroidissement finale (diagramme TRC). Il s'agit donc d'une matrice de ferrite avec des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et/ou martensite.

5 Avantageusement, l'acier laminé à chaud peut encore subir, comme déjà mentionné ci-dessus, après décapage soit par un bain d'acide soit par un recuit dans une atmosphère réductrice, une étape de galvanisation et/ou de métallisation électrochimique, de manière à obtenir une tôle d'acier galvanisé ou électrozingué, par
10 exemple.

 Les formes de réalisation du procédé suivant l'invention illustrées schématiquement par les graphiques des figures 7 à 15 sont relatives à une bobine qui a subi un refroidissement sensiblement jusqu'à la température ambiante, suivi éventuellement d'un laminage à
15 froid avec, par exemple, un taux de réduction entre 40 % et 90 %.

 Ainsi, la septième forme de réalisation suivant la figure 7 se distingue par rapport à celle de la figure 1 par le fait qu'un refroidissement 5 dit "lent" ou accéléré par trempe avec éventuellement un laminage à froid classique 6, est intercalé entre le revenu 3 et le
20 traitement thermique 4, qui, dans cette forme de réalisation, est formé d'un recuit en continu intercritique.

 Lors de ce laminage à froid 6, on réalise généralement un taux de réduction de l'épaisseur de la tôle entre 40 et 90 % et une microstructure écrouie, qui se recristallise lors du recuit subséquent 4. Si
25 un tel laminage à froid est prévu, celui-ci est précédé d'un décapage qui peut se faire avant ou après l'opération de revenu 3.

 Il y a encore lieu de remarquer que la tôle soumise au laminage à froid 5 est, avant le recuit 4, essentiellement constituée de ferrite et de cémentite riche en éléments carburigènes, tels que le Mn,
30 Cr, Mo et/ou B.

-16-

La forme de réalisation suivant la figure 8 est une variante de la précédente, qui s'en distingue par le fait que le traitement thermique 4 est formé par un recuit intercritique discontinu, encore appelé "recuit intercritique cloche".

5 Les formes de réalisation suivant les figures 9 et 10 se distinguent de celle de la figure 8 par le fait que le revenu 3 est dissocié en un revenu partiel 3a à une température inférieure à la température A_1 et un revenu 3b entre la température A_1 et la température $A_1 + 50^\circ\text{C}$. Dans la forme de réalisation suivant la figure 9, le traitement thermique 4
10 est un recuit continu intercritique, alors que dans la forme de réalisation suivant la figure 10, il s'agit d'un recuit intercritique par recuit cloche.

Les deux formes de réalisation suivant les figures 11 et 12 se distinguent par rapport aux formes de réalisation précédentes par le fait qu'aussi bien le revenu 3 que le traitement thermique 4 ont lieu à une
15 température supérieure à la température A_1 et que, de plus, ces deux opérations 3 et 4 sont séparées par un refroidissement 5 et un laminage à froid 6.

Dans la forme de réalisation suivant la figure 11, il s'agit d'un recuit continu intercritique 3, et, dans celle de la figure 12, il s'agit
20 d'un recuit intercritique par recuit cloche 3.

Dans ces deux formes de réalisation, l'austénite formée est enrichie en éléments dits "gammagènes", tels que Mn, B et/ou C, lors du revenu 3.

Dans la forme de réalisation illustrée par la figure 13, le
25 laminage à chaud 1 est suivi par un léger refroidissement 2 et un bobinage inférieur à la température A_1 et au-dessus de la température t_2 du début de la formation de bainite pour obtenir une microstructure ferrite/perlite. Cette température de la bobine est alors maintenue par isolation thermique sous cloche pendant au moins 4 heures, comme
30 dans la forme de réalisation illustrée par la figure 6.

-17-

La forme de réalisation suivant la figure 14 est comparable à celle de la figure 4 ou à celle de la figure 5, à l'exception qu'un refroidissement 5, dit "lent" ou accéléré par trempe, éventuellement avec un laminage à froid 6, est prévu entre le revenu 3 et le traitement thermique 4. Le traitement thermique 4 peut être réalisé par un recuit continu intercritique ou par un recuit intercritique cloche.

La forme de réalisation suivant la figure 15 se distingue par rapport à celle de la figure 13 par le fait que le laminage à chaud 1 est immédiatement suivi par un maintien sous cloche d'isolation à une température entre la température A_1 et la température $A_1 + 50^\circ\text{C}$ pour garder de l'austénite non transformée dans la microstructure.

Dans les formes de réalisation illustrées par les différentes figures, lorsque le traitement thermique 4 est formé par un recuit continu intercritique, celui-ci a généralement lieu à une température comprise entre la température A_1 et 900°C pendant 1 seconde à 5 minutes, combiné éventuellement soit avec une métallisation par trempe, soit suivi par une métallisation par dépôt électrochimique. Si le traitement thermique 4 est formé d'un recuit intercritique cloche, celui-ci a de préférence lieu à une température se situant entre la température A_1 et 50°C au-dessus de cette température.

Il s'est avéré que l'acier obtenu suivant le procédé décrit ci-dessus, plus particulièrement les formes de réalisation particulières illustrées par les figures 1 à 15, présentent notamment les propriétés suivantes :

- une meilleure qualité de surface et d'aptitude à la galvanisation comparés aux aciers multiphasés contenant du Si,
- un bon rapport entre la limite d'élasticité et la charge de rupture,
- de bonnes propriétés de formage, un allongement uniforme élevé,
- une augmentation de la limite d'élasticité et de la charge de rupture par effet de la précipitation secondaire des éléments de micro-alliages lors du revenu par rapport aux aciers multiphasés classiques,

-18-

- un coefficient d'écrouissage élevé lors d'une déformation,
- une protection contre la striction, grâce aux valeurs n élevées et un allongement uniforme élevé,
- un palier de vermiculure ("yield point elongation") faible ou non
- 5 existant permettant des allongements de "skinpass" faibles,
- un bon comportement à la fatigue mécanique par une combinaison de phases dures formées de bainite et de martensite, et de phases douces, de ferrite et austénite résiduelle,
- une valeur d'absorption d'énergie élevée pendant la déformation à
- 10 haute vitesse par suite des mécanismes de multiplication des dislocations.

Afin de permettre d'illustrer davantage l'objet de la présente invention, ci-après sont donnés quelques exemples concrets de compositions chimiques d'un acier multiphasé suivant l'invention et de

15 paramètres des différentes étapes de l'élaboration appliquée sur cet acier.

Exemple 1

Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7.

20 Composition chimique :

0,16 % C

1,60 % Mn

0,40 % Si

- 1) Réchauffage : température : 1280°C
- 25 temps : 150 min.
- 2) Laminage de dégrossissage : température finale : 1100°C (1^{ère} étape)
- 3) Laminage de finition : température finale : 850°C
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 50°C/s
- 30 5) Température de bobinage :

-19-

inférieure à 400°C, refroidissement naturel à l'air

6) Décapage :

7) Recuit cloche : (2^e étape)

vitesse de chauffage : 40°C/h

5 température de maintien : 640°C

durée de maintien : 40 h

vitesse de refroidissement: 15°C/h

8) Laminage à froid :

taux de réduction : 60 %

10 9) Recuit continu : (3^e étape)

vitesse de chauffage : 15°C/s

température de maintien : 740°C

durée de maintien : 50 sec

vitesse de refroidissement: 40°C/s

15 allongements de skinpass : 0,2 %

10) Galvanisation par passage dans un bain de zinc liquide.

La figure 16 montre schématiquement une coupe transversale de l'acier suivant cet exemple pourvu d'un revêtement 8 de zinc obtenu par galvanisation. Cet acier comprend une matrice de ferrite 20 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 d'austénite résiduelle de dimensions sensiblement équivalentes.

Propriétés mécaniques obtenues lors d'un essai industriel sur un échantillon de tôle d'une épaisseur de 1,5 mm prélevé en axe de la tôle dans le sens de laminage soumise à un essai de traction suivant 25 norme ISO avec éprouvette, base 80 mm, largeur 20 mm.

Limite d'élasticité Rp 0,2 % (MPa) : 370

Charge de rupture Rm (MPa) : 580

Rapport Rp 0,2 %/Rm (%) : 63,8

Allongement de palier (%) : 1,1

30 allongement uniforme (%) : 18,8

-20-

Allongement total (%) : 31,2
Coefficient d'écrouissage n : 0,262
Coefficient d'anisotropie r : 1,32

Exemple 2

5 Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 3.

Composition chimique :

0,10 % C
0,20 % Mn
10 1,00 % Si
0,06 % Ti
0,050 % B

- 1) Réchauffage : température : 1300°C
15 temps : 200 min.
- 2) Laminage de dégrossissage: température finale :
1100°C (1^{ère} étape)
- 3) Laminage de finition : température finale : 860°C
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 25°C/s
- 20 5) Température de bobinage :
inférieure à 300°C, refroidissement naturel à l'air
- 6) Décapage :
- 7) Recuit cloche :
- 25 vitesse de chauffage : 100°C/h
température de maintien : 740°C
durée de maintien : 200 h
vitesse de refroidissement: 25°C/h

La figure 17 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple.

-21-

Cet acier comprend une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément les îlots 10 de bainite de dimensions sensiblement équivalentes.

Exemple 3

5 Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7

Composition chimique :

0,80 % C

3,00 % Mn

10 0,2 % Si

1) Réchauffage : température : 1150°C
temps : 135 min.

2) Laminage de dégrossissage : température finale :
1000°C (1^{ère} étape)

15 3) Laminage de finition : température finale : 750°C

4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement : 40°C/s

5) Température de bobinage :
inférieure à 200°C, refroidissement naturel à l'air

6) Décapage

20 7) Recuit cloche : (2^e étape)

vitesse de chauffage : 60°C/h

température de maintien : 300°C

durée de maintien : 10 h

vitesse de refroidissement: 50°C/h

25 8) Laminage à froid :

taux de réduction : 40 %

9) Recuit continu :

vitesse de chauffage : 10°C/s

température de maintien : 730°C

30 durée de maintien : 240 sec

-22-

vitesse de refroidissement: 100°C

allongements de skinpass : $\geq 0,2 \%$

10) Electrozinguage

La figure 18 montre schématiquement la microstructure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par électrodéposition. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de martensite de dimensions très réduites.

Exemple 4

10 Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 7

Composition chimique

0,170 % C

1,800 % Mn

15 0,020 % Ti

0,080 % V

0,003 % B

1) Réchauffage à 1280°C, pendant 150 min

2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C

20 3) Laminage de finition : température finale de 910°C jusqu'à
une épaisseur de 2,0 mm

4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 50°C/s

5) Température de bobinage : température de 350°C, refroidissement du
coil à l'air jusqu'à la température ambiante

25 6) Décapage classique, c.à.d. avec la bobine déroulée dans l'HCl chaud

7) Recuit de base : montée de 40°C/heure

température du maintien de 520°C

durée du maintien de 40 h

vitesse de refroidissement de 15°C/heure jusqu'à

30 la température ambiante

-23-

8) Laminage à froid avec un taux de réduction de 60%

9) Recuit continu : montée de 15°C/s

température du maintien de 820°C

durée du maintien 46 s

5

vitesse de refroidissement de 30°C/s

niveau de skinpass de 0,6 %

10) Métallisation : galvanisation classique combinée avec le recuit continu

10 Les propriétés mécaniques obtenues lors d'un essai industriel sur un échantillon de tôle d'une épaisseur de 1,5 mm prélevé en axe de la tôle dans le sens de laminage soumise à une traction de 20/80 (Norme ISO) sont comme suit :

Limite d'élasticité $R_{p0.2\%}$ (MPa) : 471

Charge de rupture R_m (MPa): 649

15 Rapport $R_{p0.2\%} / R_m$ (%) 72,6

Allongement de palier (%) 1,0

Allongement uniforme (%) 14,1

Allongement total (%) 28,3

Coefficient d'écrouissage n 0,221

20 La figure 19 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par galvanisation. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 d'austénite résiduelle et des précipités 11 de carbures de vanadium.

25

Exemple 5

Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 13.

Composition chimique

0,800 % C

30

3,000 % Mn

-24-

- 1) Réchauffage à 1100°C pendant 200 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1000°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 740°C jusqu'à une épaisseur de 1,5 mm
- 5 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 10°C/s
- 5) Température de bobinage : température de 620°C, maintien par cloche d'isolation
- 6) Cloche d'isolation : température du maintien de 620°C
durée du maintien de 168 h
10 vitesse de refroidissement de 25°C/heure
- 7) Laminage à froid avec un taux de réduction de 50 %
- 8) Recuit continu : montée de 10°C/s
température du maintien de 850°C
15 durée du maintien 40 s
vitesse de refroidissement de 25°C/s
sans skinpass
- 9) Métallisation : revêtement par électrozinguage.

La figure 20 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un revêtement de zinc 8 formé par électrodéposition. Cet acier comprend une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots de martensite 10.

Exemple 6

25 Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 14.

Composition chimique

0,100 % C
0,200 % Mn
30 0,400 % Si

-25-

0,040 % Ti

0,050 % Nb

0,200 % Cr

0,200 % Mo

- 5 1) Réchauffage à 1300°C pendant 135 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 890°C jusqu'à
une épaisseur de 3,0 mm
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 50°C/s
- 10 5) Température de bobinage: température de 400°C, application directe
du recuit de base
- 6) Recuit base : montée de 60°C/h
température du maintien de 580°C
durée du maintien de 20 h
- 15 vitesse de refroidissement de
50°C/heure
- 7) Décapage classique
- 8) Laminage à froid avec un taux de réduction de 70 %
- 9) Recuit continu : montée de 10°C/s
- 20 température du maintien de 740°C
durée du maintien 240 s
vitesse de refroidissement de 70°C/s
niveau de skinpass de 0,6 %

La figure 21 montre schématiquement la structure de l'acier
 25 obtenu suivant cet exemple. Cet acier comprend une matrice de ferrite 8
 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de
 martensite et de bainite ainsi que des précipités 11 de carbures de titane
 et de carbures de niobium.

Exemple 7

30 Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation
 particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 6.

-26-

Composition chimique

0,150 % C

2,000 % Mn

0,030 % B

- 5 1) Réchauffage à 1280°C pendant 150 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1100°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 840°C jusqu'à
une épaisseur de 6,0 mm
- 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 15°C/s
- 10 5) Température de bobinage: température de 740°C, maintien par
cloche d'isolation
- 6) Cloche d'isolation : température du maintien de 740°C
durée du maintien de 40 h
vitesse du refroidissement accéléré de
- 15 5°C/s

La figure 22 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple pourvu d'un film de calamine 8. Cet acier présente une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots 10 de martensite et d'austénite résiduelle.

20

Exemple 8

Cet exemple a été réalisé suivant la forme de réalisation particulière du procédé illustré par le graphique de la figure 5.

Composition chimique

- 25 0,400 % C
- 0,600 % Mn
- 0,020 % Ti
- 0,002 % B
- 0,400 % Al
- 30 0,400 % Si

-27-

- 1) Réchauffage à 1250°C pendant 200 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale de 1080°C
- 3) Laminage de finition : température finale de 800°C jusqu'à une épaisseur de 2,5 mm
- 5 4) Table de refroidissement : vitesse de refroidissement de 20°C/s
- 5) Température de bobinage: température de 600°C, application directe du recuit base
- 6) Recuit base : montée de 30°C/h
température du maintien de 750°C
durée du maintien de 100 h
refroidissement naturel à l'air
- 10 7) Décapage classique.

La figure 23 montre schématiquement la structure de l'acier obtenu suivant cet exemple comprenant une matrice de ferrite 9 dans laquelle sont répartis sensiblement uniformément des îlots de bainite.

Il est bien entendu que l'invention n'est pas limitée à la forme de réalisation du procédé de préparation particulier d'un acier, mais, par contre, s'étend à tout acier présentant sensiblement la même structure et morphologie que l'acier multiphasé obtenu par le procédé spécifique décrit ci-dessus et illustré par les figures annexées.

REVENDICATIONS

1. Produit plat, tel que tôle, en acier multiphasé dont la composition chimique contient du carbone et du manganèse, caractérisé en ce que cet acier a une structure susceptible d'être obtenue par un
- 5 procédé comprenant les étapes suivantes :
- le laminage à chaud, à une température à laquelle la phase austénitique est stable, d'un acier contenant de 0,05 à 0,8 % de C, 0,2 à 3,0 % de Mn et $Si \leq 1 \%$,
 - 10 – un maintien ou revenu à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde (A_1) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en éléments carburigènes et/ou gammagènes, tels que le carbone et le manganèse dans une matrice de ferrite,
 - 15 – un traitement thermique à une température supérieure à la température eutectoïde susdite (A_1) et inférieure à la température de formation d'austénite (A_3) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes tels que le Mn de l'austénite déjà formée, et
 - 20 – un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.
2. Produit suivant la revendication 1, caractérisé en ce que
- 25 le procédé précité comprend une étape de décapage après le laminage à chaud.
3. Produit suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le procédé précité comprend une étape de décapage après l'étape de maintien ou de revenu à une température comprise entre 300°C et une
- 30 température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde (A_1) ou après le traitement thermique précité.

-29-

4. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le procédé comprend une étape de refroidissement après le laminage à chaud à une vitesse et jusqu'à une température en dessous de la température A_1 qui sont telles à obtenir une microstructure contenant soit de la bainite et/ou de la martensite, soit de la perlite avec éventuellement de la ferrite.

5. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que, lorsque le laminage à chaud susdit permet d'obtenir une tôle enroulable, ce laminage est suivi par un bobinage de la tôle obtenue à une température entre la température eutectoïde (A_1) et une température de 50°C au-dessus de cette température eutectoïde, de manière à garder de l'austénite non transformée dans la microstructure obtenue.

6. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'acier soumis au laminage à chaud précité comprend également au moins un des éléments suivants : B, Ti, Nb, Zr, V, Al, N, S, P, Cr, Ni, Cu, Mo dans les concentrations suivantes : $B \leq 0,100 \%$; Ti, Nb, Zr ou V chacun $\leq 0,200 \%$; $Al \leq 0,400 \%$; $N \leq 0,100 \%$; $P \leq 0,100 \%$; Cr, Ni ou Cu chacun $\leq 2,000 \%$; $Mo \leq 0,500 \%$.

7. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'acier soumis au laminage à chaud précité contient tout au plus 0,5 % de Si, plus particulièrement moins de 0,2 % de Si, et est de préférence sensiblement exempt de Si.

8. Produit suivant l'une ou l'autre des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que les éléments suivant : Al, N, B présentent respectivement les concentrations suivantes : $Al \leq 0,100 \%$; $N \leq 0,05 \%$; $B \leq 0,060 \%$; Ti, Nb, Zr ou V chacun $\leq 0,100 \%$; $Cr \leq 0,500 \%$.

9. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il présente une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite

-30-

et martensite, la teneur de cette phase dans la matrice de ferrite étant inférieure à 40 % en volume.

10. Produit suivant l'une quelconque des revendications 1 et 9, caractérisé en ce que le procédé précité comprend une étape de refroidissement jusqu'à la température ambiante après l'étape du maintien ou de revenu précitée, cette dernière étape étant alors éventuellement suivie d'une étape de laminage à froid avant l'étape du traitement thermique précité.

11. Procédé pour la fabrication d'un produit plat, tel qu'une tôle, en d'acier suivant l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- le laminage à chaud, à une température à laquelle la phase austénitique est stable, d'un acier contenant de 0,05 à 0,8 % de C, 0,2 à 3,0 % de Mn et $Si \leq 1 \%$,
- 15 - un revenu ou maintien à une température comprise entre 300°C et une température de 50°C au-dessus de la température eutectoïde (A_1) pendant au moins 4 heures, suivi éventuellement d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante, de manière à former une phase enrichie en en éléments gammagènes et/ou carburigènes, tel que le C et le Mn dans une matrice de ferrite,
- 20 - un traitement thermique supérieure à la température eutectoïde susdite (A_1) et inférieure à la température de formation d'austénite (A_3) de manière à former des îlots d'austénite et/ou d'enrichir en éléments gammagènes, tels que le Mn de l'austénite déjà formée, et
- 25 - un refroidissement subséquent jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à obtenir un produit final présentant une matrice de ferrite contenant des îlots d'au moins une des phases suivantes : austénite résiduelle, bainite et martensite.

12. Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé à une température inférieure à la température eutectoïde (A_1) de manière à former de la cémentite et de

-31-

faire diffuser des éléments carburigènes, tels que le Mn dans cette cémentite.

5 13.Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé à une température supérieure à la température eutectoïde (A_1) de manière à former de l'austénite et faire diffuser des éléments gammagènes dans cette austénite.

10 14.Procédé suivant la revendications 11 ou 12, caractérisé en ce que le revenu précité est suivi, avant le traitement thermique précité, d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante d'une manière telle à freiner l'enrichissement de la phase déjà enrichie en éléments gamagènes et/ou carburigènes.

15 15.Procédé suivant la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que le traitement thermique est formé d'un recuit en continu à une température de tout au plus 900°C pendant tout au plus 5 minutes, de manière à transformer la phase enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes en austénite dont la composition chimique correspond sensiblement à celle de la phase enrichie en éléments gammagènes et/ou carburigènes, ce recuit étant alors suivi d'un refroidissement rapide, par exemple de l'ordre de 10°C à 300°C par seconde.

20 16.Procédé suivant la revendication 11, caractérisé en ce que le revenu précité est directement suivi, sans refroidissement intermédiaire, du traitement thermique précité, formé d'un recuit cloche pendant au moins 2 heures, d'une manière telle à transformer de la cémentite en austénite, ce traitement thermique étant alors suivi d'un refroidissement par exemple de l'ordre de 10°C à 40°C par heure ou un refroidissement accéléré par trempe, par exemple de l'ordre de 20°C par minute.

25 17.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 16, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de refroidissement entre le laminage à chaud et le maintien ou revenu précité.

-32-

18.Procédé suivant la revendication 17, caractérisé en ce que le refroidissement précité est suivi d'un décapage et éventuellement d'un laminage à froid avant le traitement thermique précité.

5 19.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 18, caractérisé en ce que le traitement thermique est formé d'un recuit cloche et est suivi d'un refroidissement lent; par exemple de l'ordre de 10° à 40°C par heure ou d'un refroidissement accéléré par trempe, par exemple de l'ordre de 20°C par minute.

10 20.Procédé suivant la revendication 18 ou 19, caractérisé en ce que le laminage à froid est suivi d'un recuit à une température comprise entre la température eutectoïde (A_1) et la température de formation d'austénite (A_3), ce recuit étant alors suivi d'un refroidissement rapide, par exemple de l'ordre de 10°C à 300°C par seconde.

15 21.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisé en ce que le revenu précité est réalisé en deux stades successifs, un premier stade à une température entre 300°C et la température eutectoïde (A_1) et un deuxième stade à une température comprise entre la température eutectoïde (A_1) et une
20 température de 50°C au-dessus de cette température A_1 .

22.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 20, caractérisé en ce que le revenu ou maintien précité et le traitement thermique précité sont réalisés en une seule opération à une température A_1 et 50°C au-dessus de cette température A_1 .

25 23.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 16 et 18 à 22, caractérisé en ce que le laminage à chaud est directement suivi du revenu soit à une température supérieure à la température A_1 et inférieure à la température $A_1 + 50^\circ\text{C}$ soit à une température inférieure à la température A_1 .

30 24.Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 22, caractérisé en ce qu'il comprend, entre le laminage à chaud et le

-33-

maintien ou revenu précité, un refroidissement et bobinage soit à une température à laquelle la microstructure est composée par la bainite et/ou la martensite, soit à une température inférieure à la température A_1 à laquelle la microstructure est composée de la ferrite/perlite ou ferrite/perlite/bainite.

5

25. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 11 à 24, caractérisé en ce que le traitement thermique est combiné ou suivi par une étape de formation d'un revêtement métallique, tel que la galvanisation ou une métallisation électrochimique.

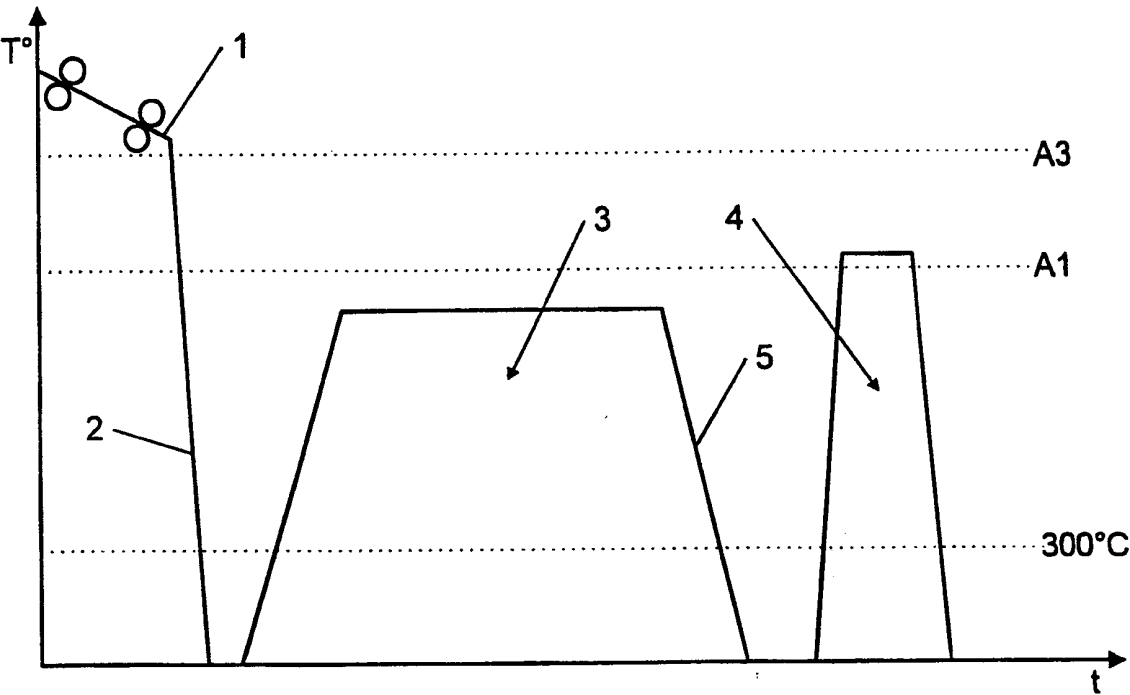


Fig. 1

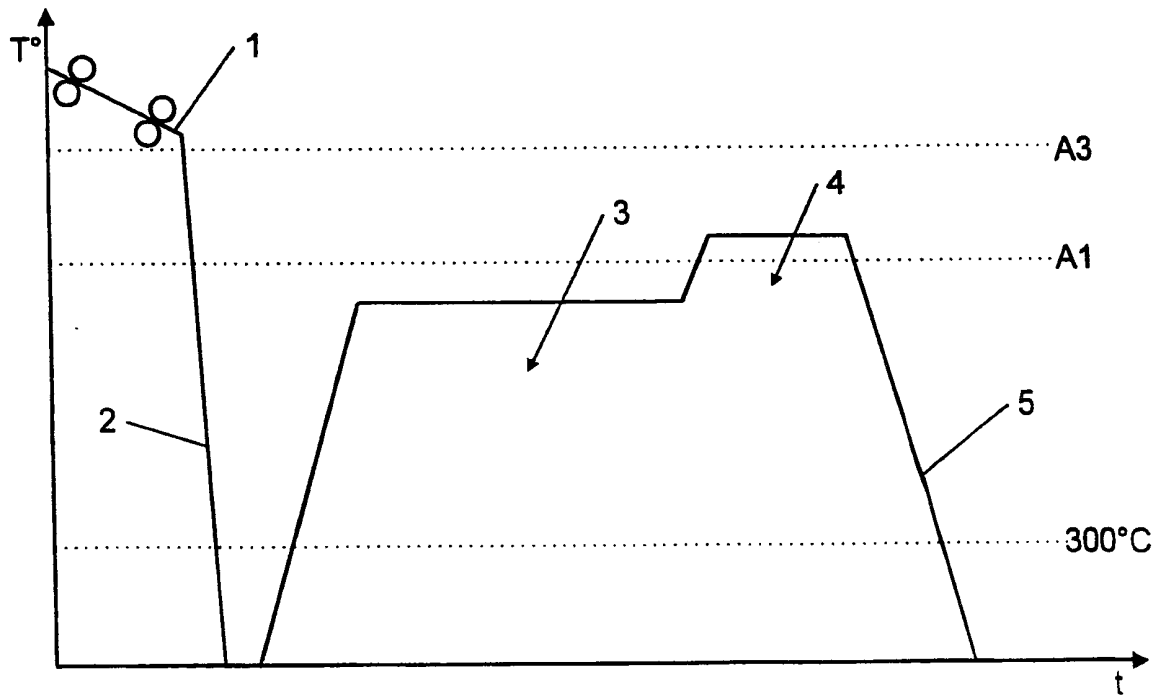
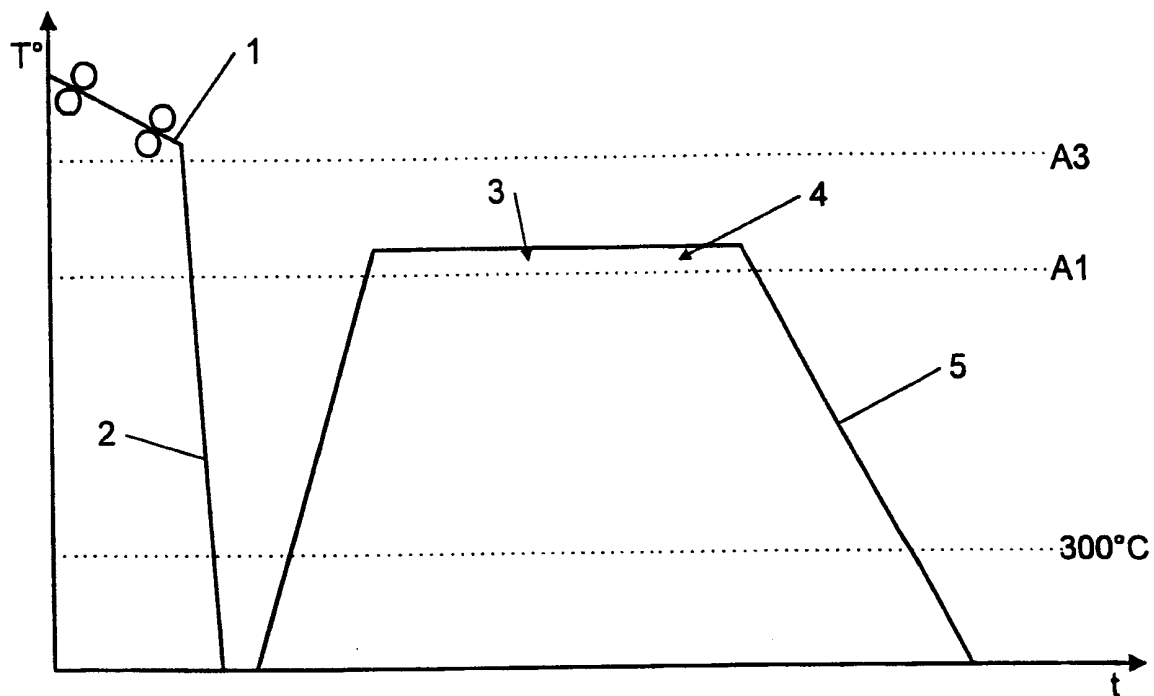
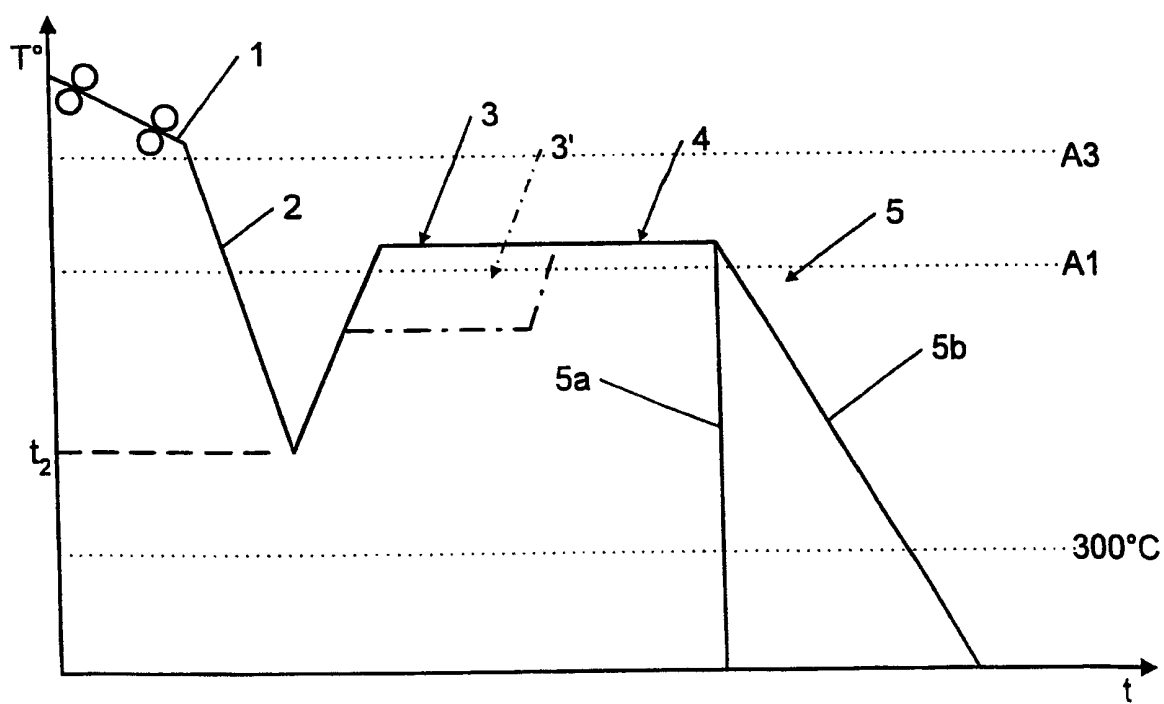
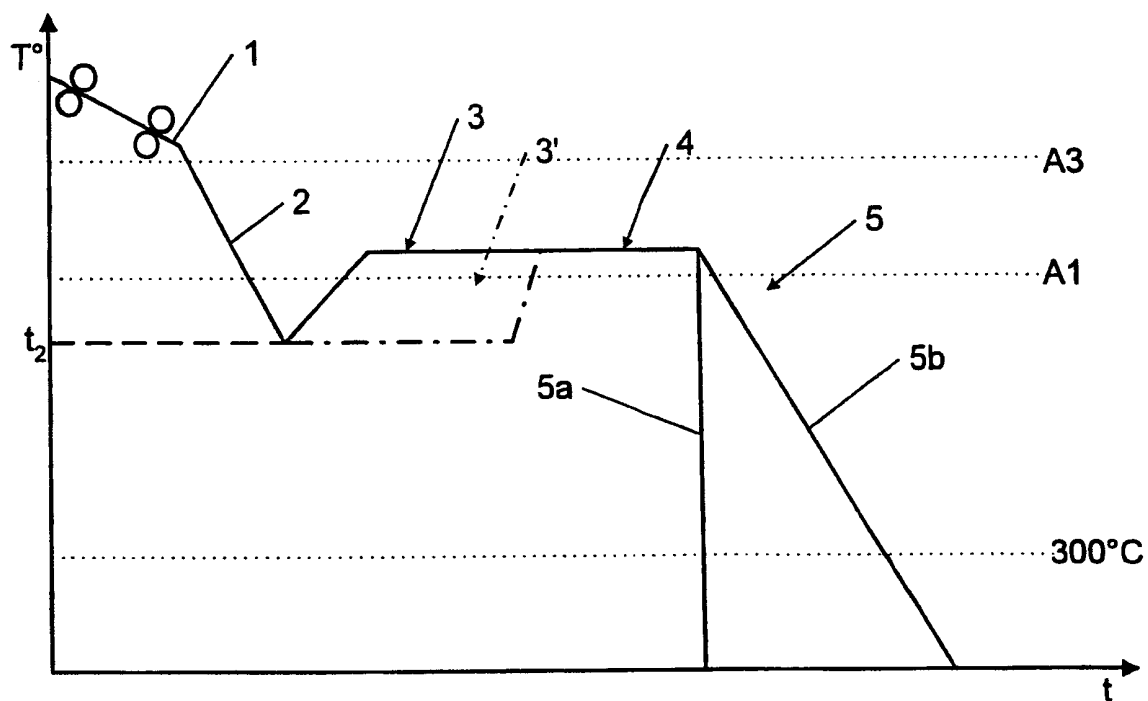
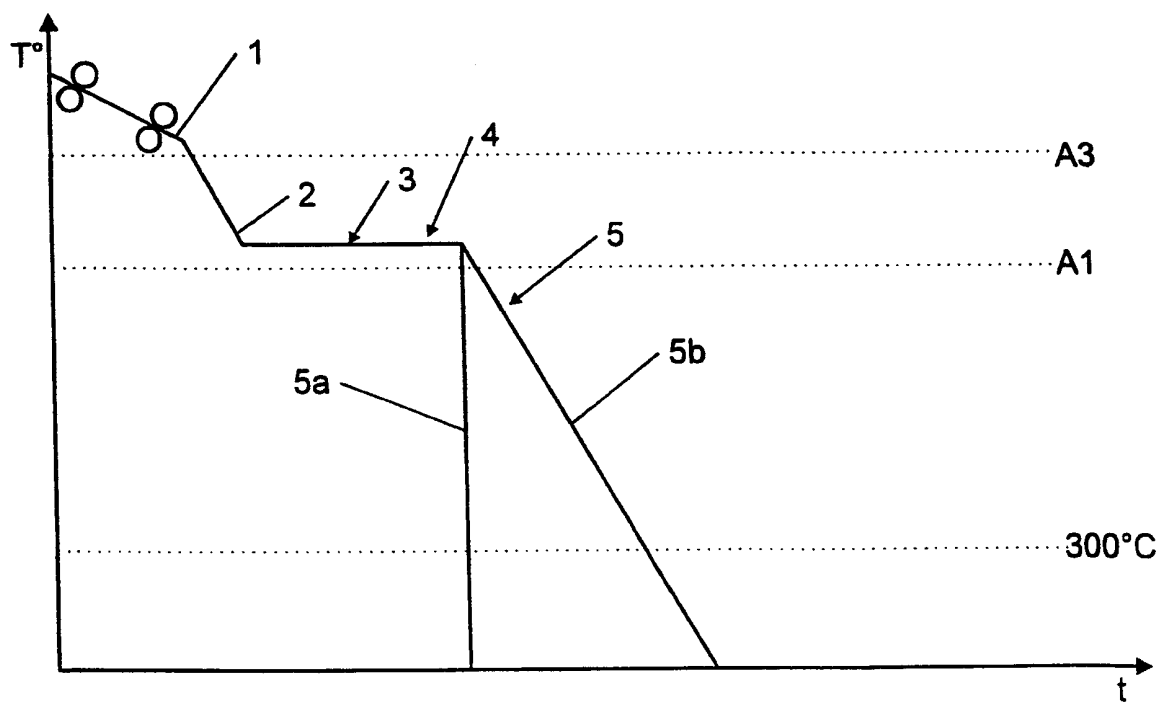


Fig. 2

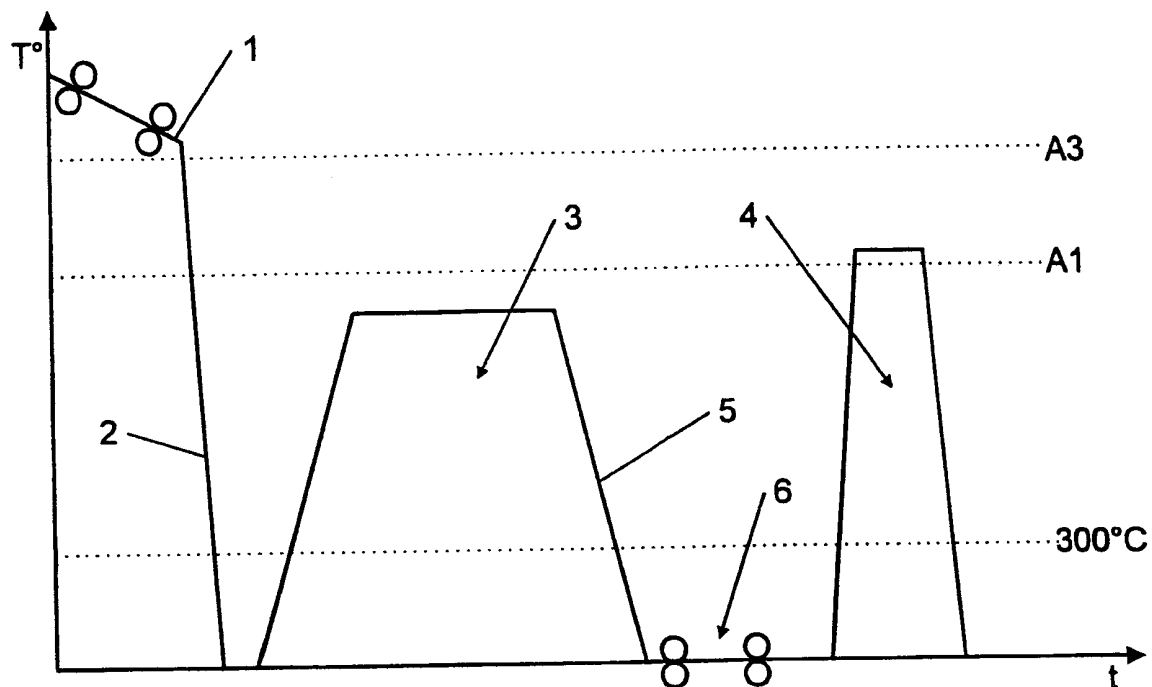
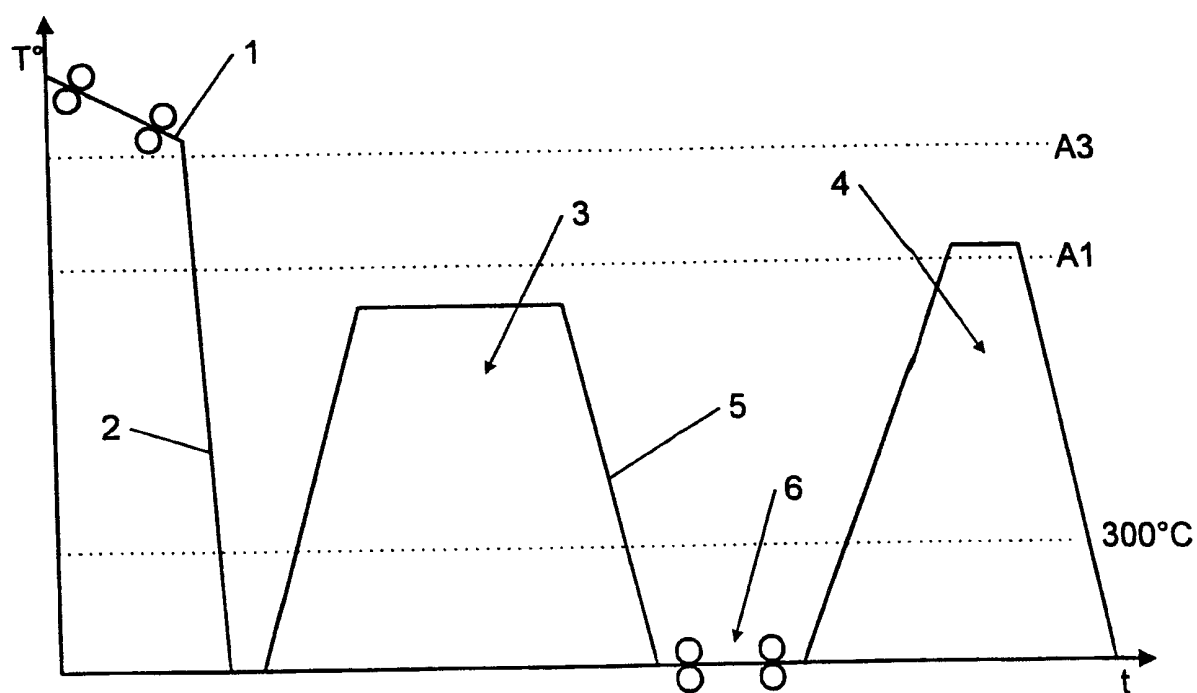
2/12

**Fig. 3****Fig. 4**

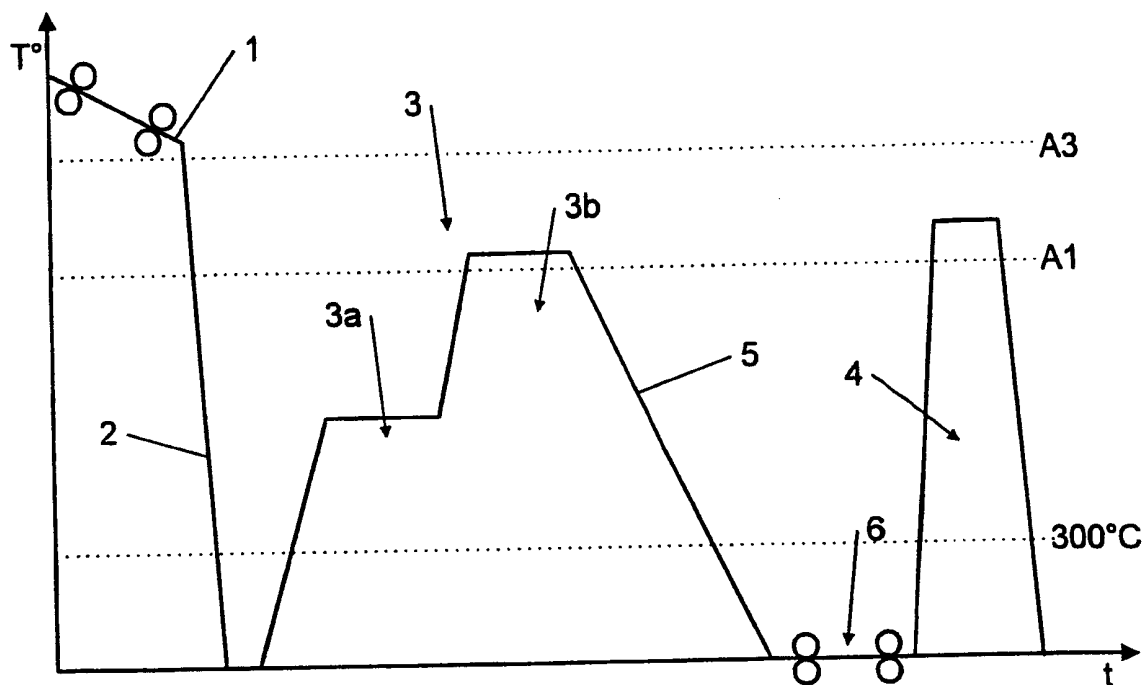
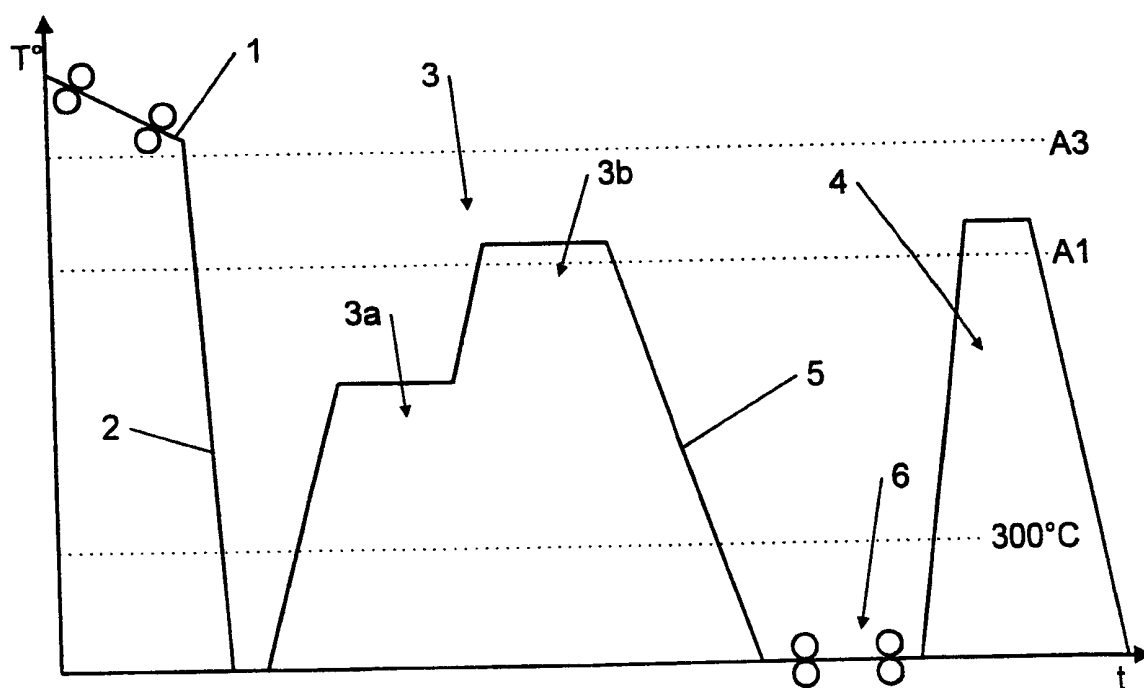
3/12

**Fig. 5****Fig. 6**

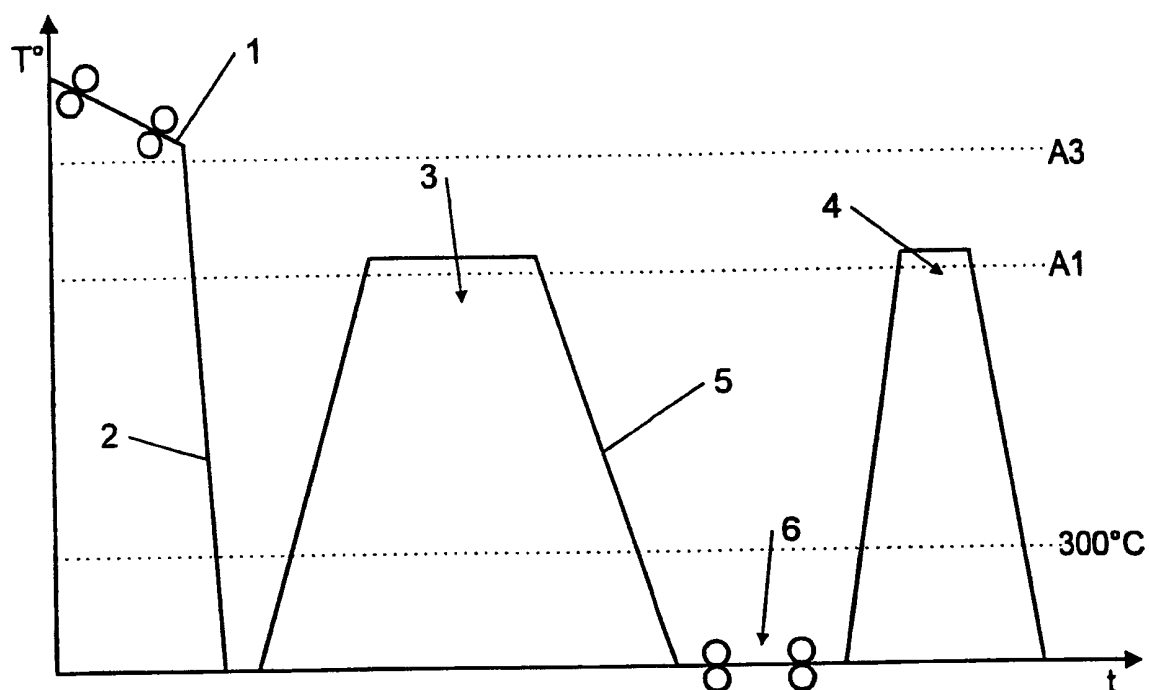
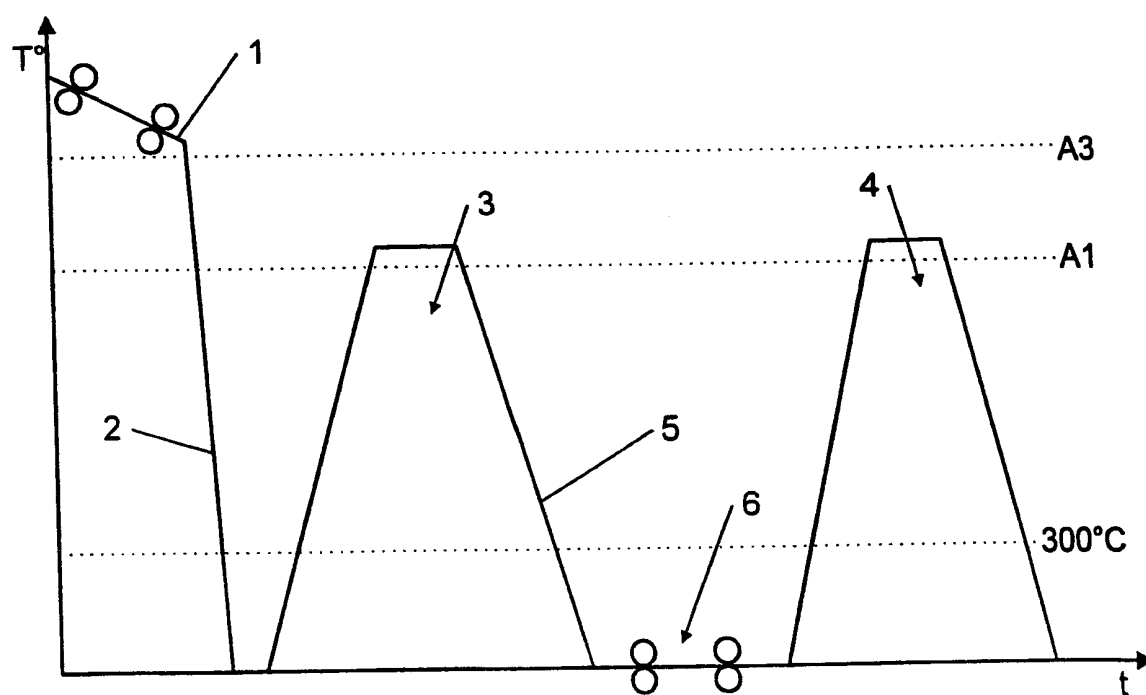
4/12

**Fig. 7****Fig. 8**

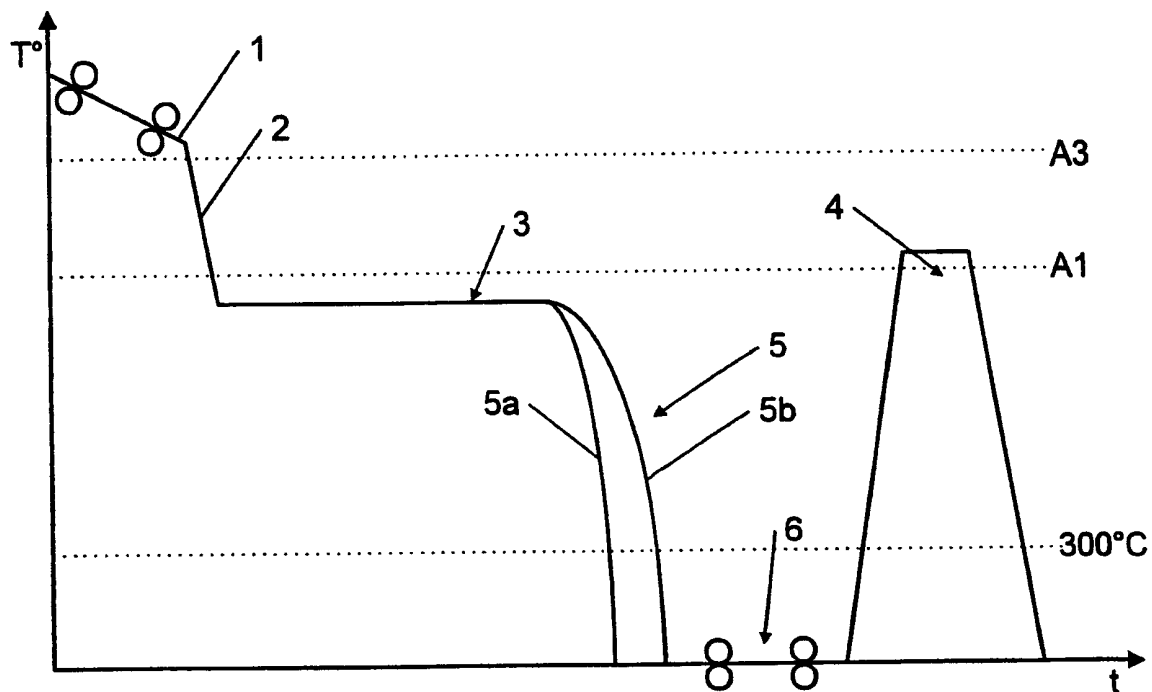
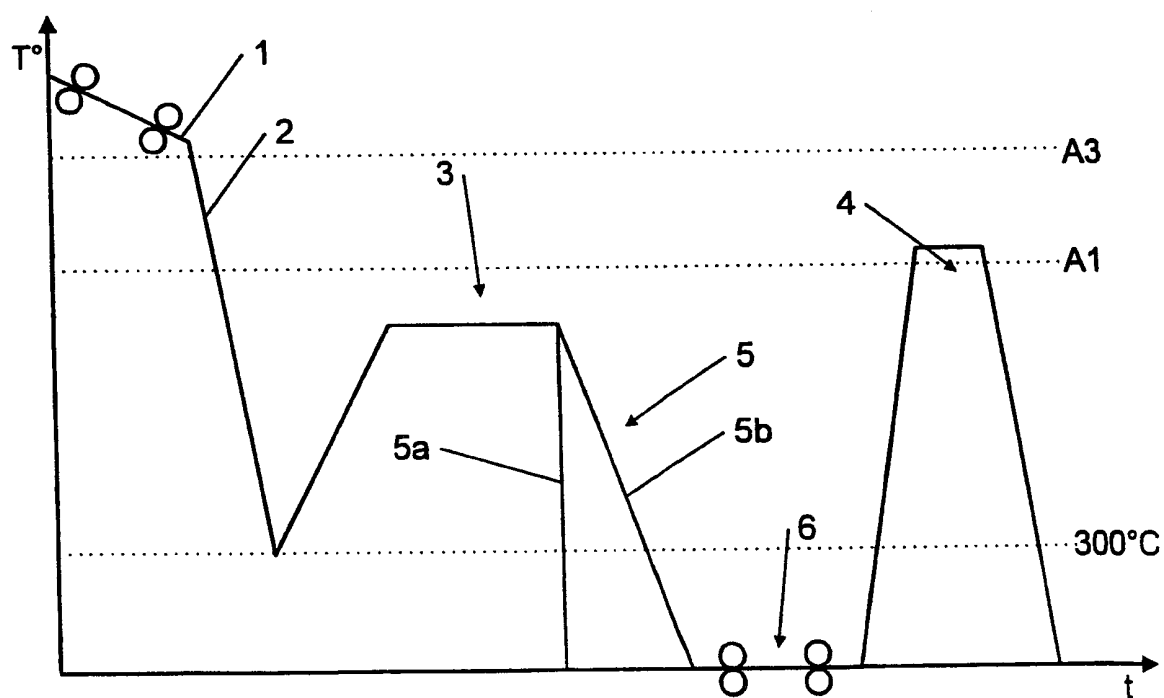
5/12

**Fig. 9****Fig. 10**

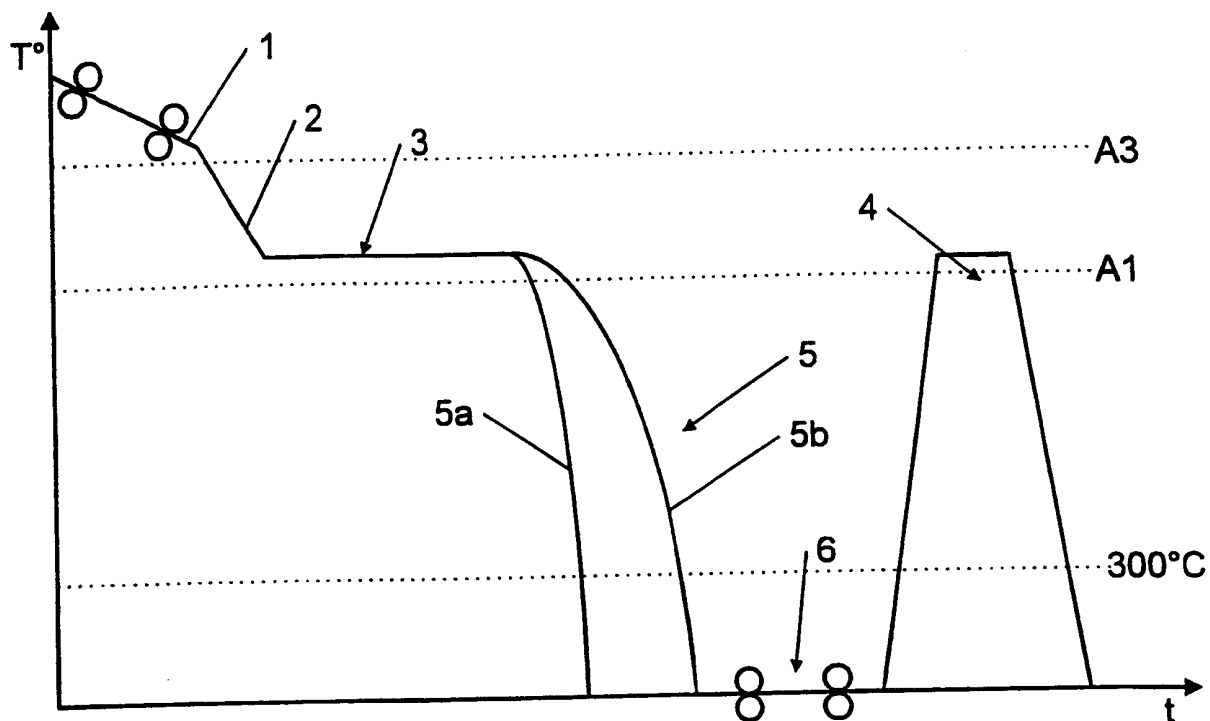
6/12

**Fig. 11****Fig. 12**

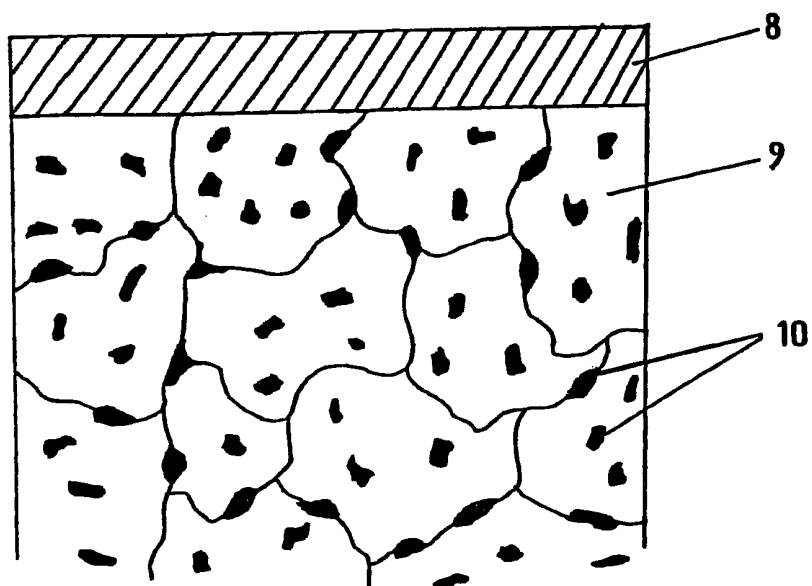
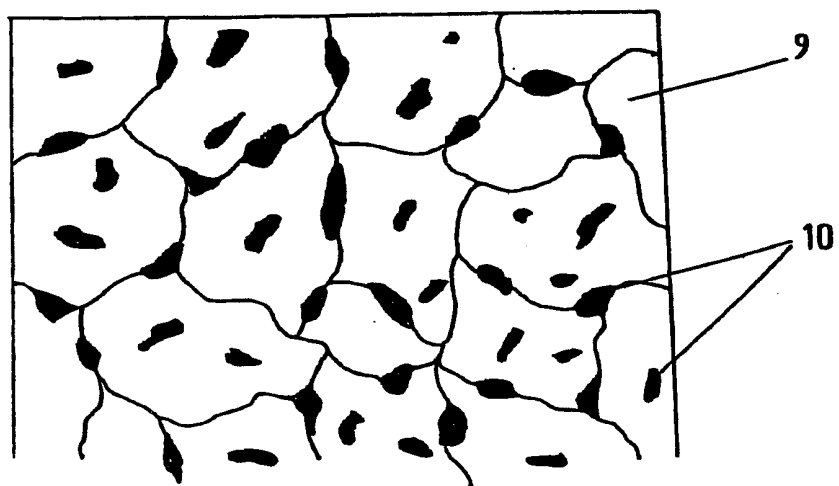
7/12

**Fig. 13****Fig. 14**

8/12

**Fig. 15**

9/12

***Fig. 16******Fig. 17***

10/12

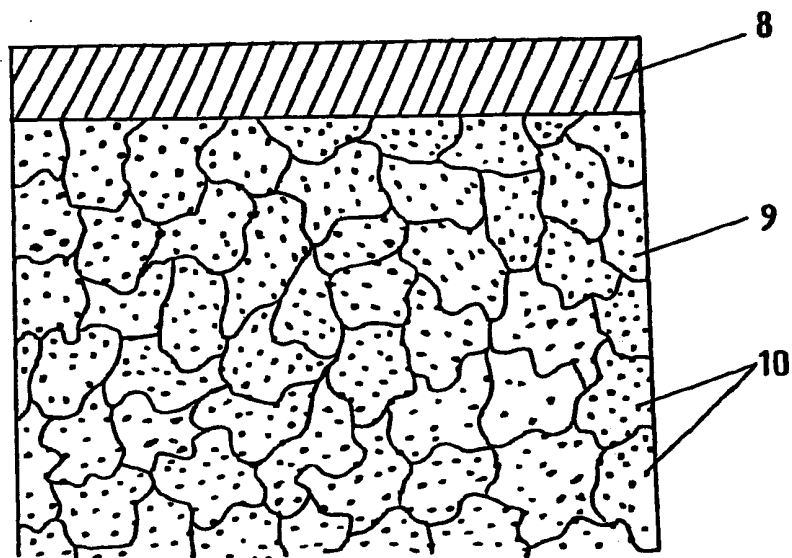


Fig. 18

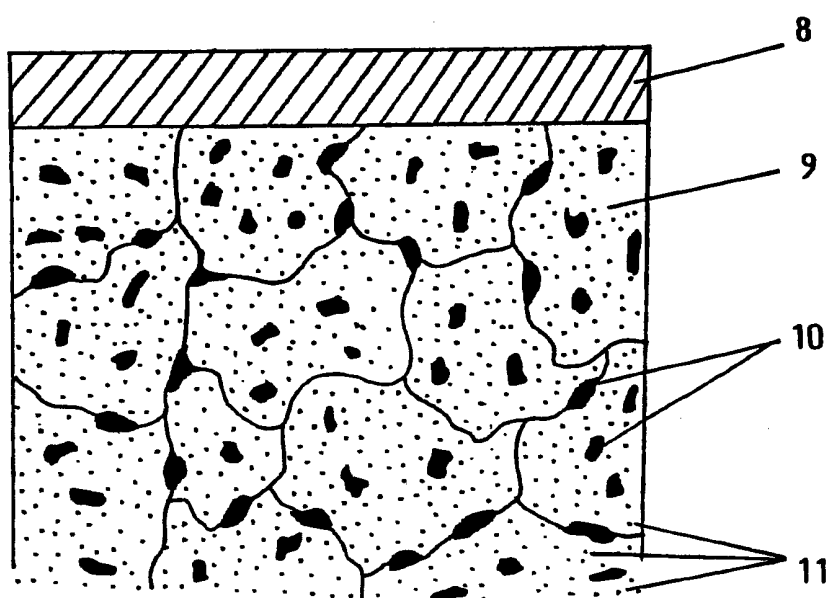


Fig. 19

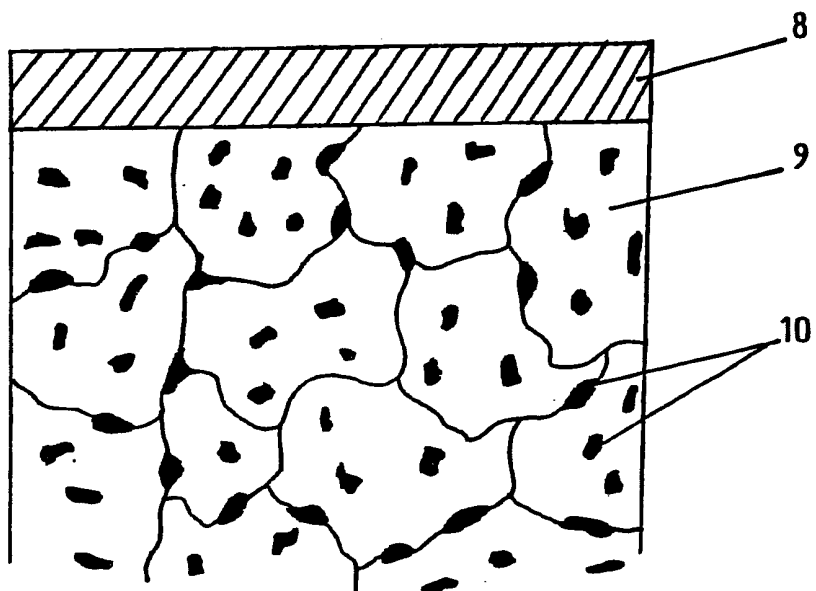


Fig. 20

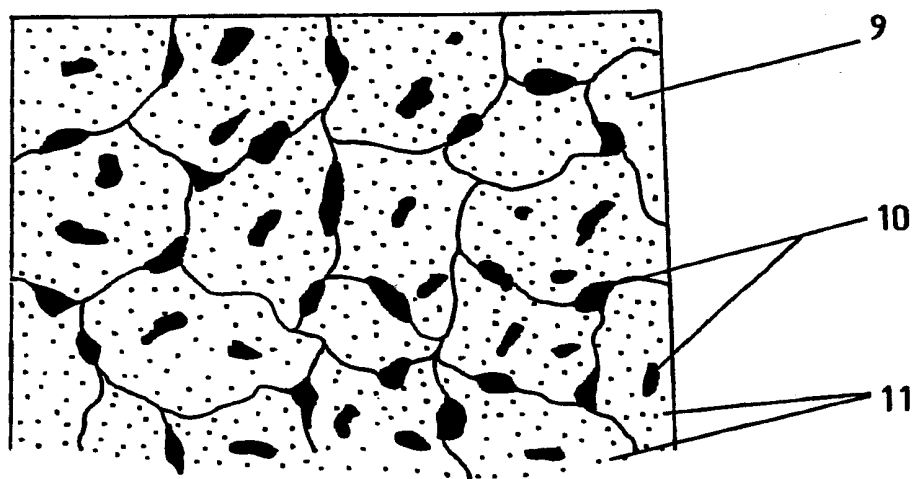


Fig. 21

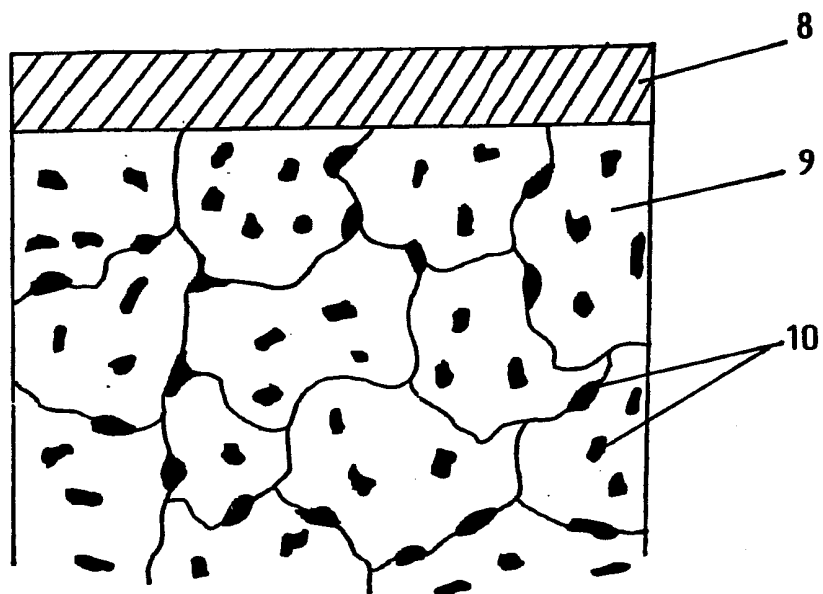


Fig. 22

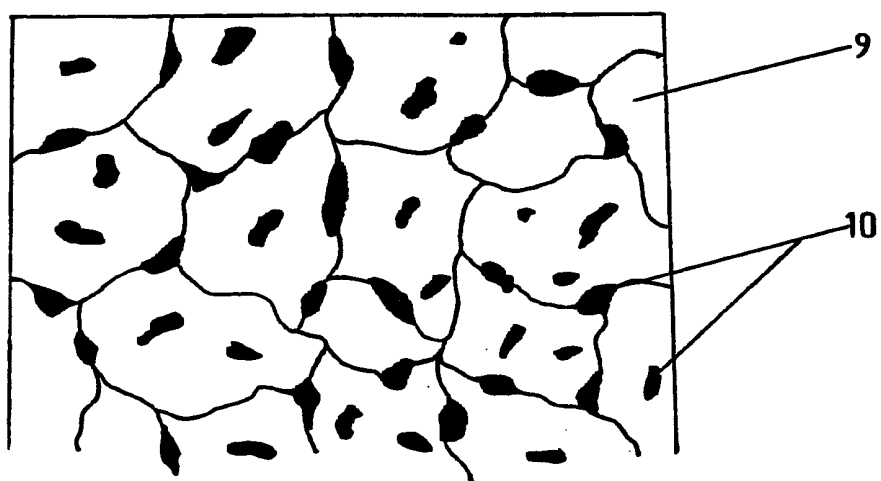


Fig. 23

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/BE 99/00088

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C21D8/02 C21D1/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C21D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 426 235 A (SUDO MASATOSHI ET AL) 17 January 1984 (1984-01-17) claim 11; example 2 ---	1, 11
A	EP 0 320 003 A (NIPPON STEEL CORP) 14 June 1989 (1989-06-14) ---	
A	EP 0 040 553 A (BRITISH STEEL CORP) 25 November 1981 (1981-11-25) ---	
A	US 5 328 528 A (CHEN HUANG-CHUAN) 12 July 1994 (1994-07-12) ---	
A	US 4 544 422 A (RAO BANGARU V N) 1 October 1985 (1985-10-01) cited in the application --- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

12 November 1999

Date of mailing of the international search report

25/11/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mollet, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/BE 99/00088

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 004, 31 May 1995 (1995-05-31) & JP 07 003328 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 6 January 1995 (1995-01-06) abstract ---	
A	HAIDEMENOPOULOS G N: "AUSTENITE STABILIZATION FROM DIRECT CEMENTITE CONVERSION IN LOW-ALLOY STEELS" STEEL RESEARCH, vol. 67, no. 3, March 1996 (1996-03), pages 93-99, XP002072282 cited in the application -----	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/BE 99/00088

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4426235 A	17-01-1984	JP 1587821 C JP 2005812 B JP 57123956 A JP 1342480 C JP 57123957 A JP 61007453 B	19-11-1990 06-02-1990 02-08-1982 14-10-1986 02-08-1982 06-03-1986
EP 0320003 A	14-06-1989	JP 1156421 A JP 2017505 C JP 5081644 B JP 1156422 A JP 2017506 C JP 5081645 B DE 3874100 A US 4938266 A	20-06-1989 19-02-1996 15-11-1993 20-06-1989 19-02-1996 15-11-1993 01-10-1992 03-07-1990
EP 0040553 A	25-11-1981	GB 2076425 A,B JP 57009831 A	02-12-1981 19-01-1982
US 5328528 A	12-07-1994	NONE	
US 4544422 A	01-10-1985	NONE	
JP 07003328 A	06-01-1995	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. Internationale No

PCT/BE 99/00088

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C21D8/02 C21D1/18

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C21D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 426 235 A (SUDO MASATOSHI ET AL) 17 janvier 1984 (1984-01-17) revendication 11; exemple 2 ----	1, 11
A	EP 0 320 003 A (NIPPON STEEL CORP) 14 juin 1989 (1989-06-14) ----	
A	EP 0 040 553 A (BRITISH STEEL CORP) 25 novembre 1981 (1981-11-25) ----	
A	US 5 328 528 A (CHEN HUANG-CHUAN) 12 juillet 1994 (1994-07-12) ----	
A	US 4 544 422 A (RAO BANGARU V N) 1 octobre 1985 (1985-10-01) cité dans la demande ----- -/-	



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

12 novembre 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

25/11/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Mollet, G

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dema Internationale No

PCT/BE 99/00088

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 004, 31 mai 1995 (1995-05-31) & JP 07 003328 A (SUMITOMO METAL IND LTD), 6 janvier 1995 (1995-01-06) abrégé	
A	HAIDEMENOPOULOS G N: "AUSTENITE STABILIZATION FROM DIRECT CEMENTITE CONVERSION IN LOW-ALLOY STEELS" STEEL RESEARCH, vol. 67, no. 3, mars 1996 (1996-03), pages 93-99, XP002072282 cité dans la demande	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs à : nombres de familles de brevets

Demr Internationale No

PCT/BE 99/00088

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4426235 A	17-01-1984	JP 1587821 C	19-11-1990
		JP 2005812 B	06-02-1990
		JP 57123956 A	02-08-1982
		JP 1342480 C	14-10-1986
		JP 57123957 A	02-08-1982
		JP 61007453 B	06-03-1986
EP 0320003 A	14-06-1989	JP 1156421 A	20-06-1989
		JP 2017505 C	19-02-1996
		JP 5081644 B	15-11-1993
		JP 1156422 A	20-06-1989
		JP 2017506 C	19-02-1996
		JP 5081645 B	15-11-1993
		DE 3874100 A	01-10-1992
		US 4938266 A	03-07-1990
EP 0040553 A	25-11-1981	GB 2076425 A,B	02-12-1981
		JP 57009831 A	19-01-1982
US 5328528 A	12-07-1994	AUCUN	
US 4544422 A	01-10-1985	AUCUN	
JP 07003328 A	06-01-1995	AUCUN	