

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

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
20 août 2009 (20.08.2009)

PCT

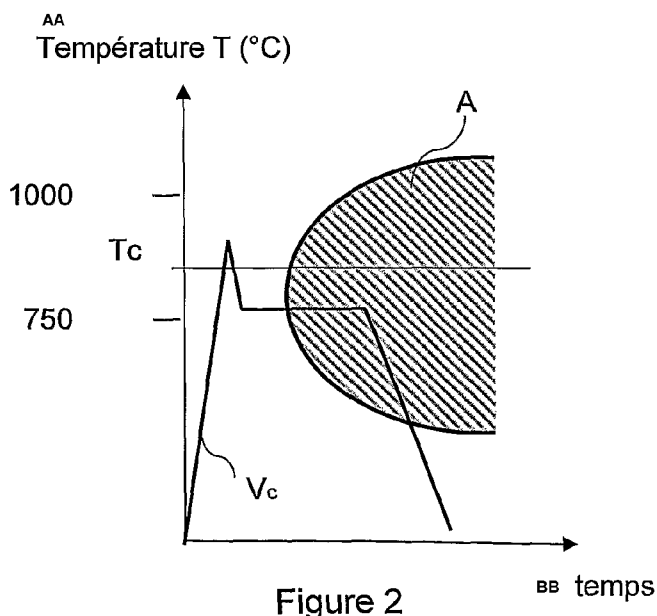
(10) Numéro de publication internationale
WO 2009/101285 A1

- (51) Classification internationale des brevets :
C22C 38/40 (2006.01) C22C 38/44 (2006.01)
C22C 38/42 (2006.01) C22C 38/46 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2008/001687
- (22) Date de dépôt international :
3 décembre 2008 (03.12.2008)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
07 291575.4 20 décembre 2007 (20.12.2007) EP
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
ARCELORMITTAL-STAINLESS FRANCE [FR/FR];
1 à 5, rue Luigi Cherubini, F-93200 Saint-Denis (FR).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :
FROHLICH, Thomas [FR/FR]; 285, rue du Retour,
F-59840 Premesques (FR). MITHIEUX, Jean-Denis
[FR/FR]; 8, chemin des grands rietz, F-92120 Mametz
(FR).
- (74) Mandataire : PLAISANT, Sophie; ArcelorMittal
France, Research and Development Intellectual Property,
5, rue Luigi Cherubini, F-93200 Saint Denis (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,
CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR,
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,
MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO,
NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG,
SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : AUSTENITIC STAINLESS STEEL SHEET AND METHOD FOR MAKING SAID SHEET

(54) Titre : TÔLE EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE ET PROCÉDE D'OBTENTION DE CETTE TÔLE



AA Temperature
BB time

(57) Abstract : The invention relates to a stainless steel sheet having the following composition, the contents being expressed in weight: 0.05 % < C < 0.30 %, 0.3 % < Si < 1 %, 0.5 % < Mn < 3 %, 4 % < Ni < 10 %, 15 % < Cr < 20 %, N < 0.2 %, P < 0.05 %, S < 0.015 %, optionally 0.1 < V < 0.5 %, optionally Mo < 3 %, optionally Cu < 0.5 %, the balance of the composition consisting of iron and unavoidable impurities resulting from the manufacture, wherein the microstructure of said steel is substantially austenitic, the average size of the austenite grains is lower than 2 micrometers, and said sheet includes chromium carbides precipitated at the junction of the austenitic grains for more than 90% thereof.

(57) Abrégé : L'invention a pour objet une tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : 0,05 % < C < 0,30 %, 0,3 % < Si < 1 %, 0,5 % < Mn < 3 %, 4 % < Ni < 10 %, 15 % < Cr < 20 %, N < 0,2 %, P < 0,05 %, S < 0,015 %, optionnellement 0,1 < V < 0,5 %, optionnellement Mo < 3 % optionnellement Cu < 0,5 %, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant essentiellement austénitique, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres, ladite tôle contenant des carbures de chrome précipités aux joints de grains austénitiques pour plus de 90% d'entre eux

WO 2009/101285 A1



Publiée :

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

— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2.h)

TÔLE EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE ET PROCEDE D'OBTENTION DE CETTE TÔLE

L'invention concerne les tôles en acier inoxydable présentant des caractéristiques mécaniques élevées et une bonne résistance à la corrosion afin d'être destinées notamment à la fabrication de pièces pour automobile, telles que des pièces de structure ou des joints de culasses de moteurs.

Il est précisé, tout d'abord, que les aciers inoxydables considérés ici le sont dans le sens donné à cette expression par la norme ISO 6929, à savoir des aciers contenant au moins 10,5 % en poids de chrome et pas plus de 1,2 % en poids de carbone.

La demande croissante pour améliorer la sécurité des véhicules, couplée avec celle visant à la réduction des émissions de gaz carbonique, incite les constructeurs automobiles à rechercher des matériaux présentant des caractéristiques mécaniques toujours plus élevées. Parmi les qualités recherchées pour le matériau "acier", on citera notamment la résistance mécanique, la résistance à la corrosion, à la fatigue, les propriétés de déformabilité, de soudabilité. C'est en fonction de la destination d'usage de l'acier, c'est-à-dire de la pièce fonctionnelle en laquelle il va être transformé au final, que certaines de ces caractéristiques mécaniques seront, plus que d'autres, privilégiées par le sidérurgiste. L'objectif de ce dernier est donc désormais de parvenir à adapter l'acier qu'il produit tant au mode de sollicitation auquel sera soumise la pièce finale en service, qu'aux contraintes liées à la fabrication même de cette pièce par transformation d'une ébauche issue de la solidification du métal.

Concernant les pièces pour moteurs thermiques auxquelles se rapporte plus particulièrement l'invention, on utilise généralement pour leur fabrication des aciers austénitiques. Ce sont des aciers alliés contenant du chrome, du nickel, du manganèse, de l'azote, du carbone et optionnellement du cuivre et du molybdène, en vue de produire une microstructure austénitique, laquelle a l'avantage de présenter une grande maille cristalline pour le fer (cubique face centrée), ce qui permet d'augmenter la solubilité des différents éléments d'alliages dans le fer, le carbone notamment.

Il se trouve que les aciers inoxydables austénitiques classiques sont caractérisés par des propriétés mécaniques relativement modestes à l'état recuit. En effet, à la différence des aciers martensitiques qui prennent la trempe, ceux-là ne durcissent pas significativement par traitement thermique. Pour atteindre une
5 résistance mécanique suffisante à leur utilisation dans l'industrie automobile, les aciers inoxydables austénitiques peuvent être écrouis par laminage à froid, en raison d'une transformation martensitique induite par la déformation. Selon la réduction d'épaisseur réalisée, différents niveaux de résistance mécanique peuvent être atteints jusqu'à des valeurs très élevées ($R_m=1500\text{MPa}$). Toutefois,
10 l'utilisation de ces produits écrouis pose plusieurs problèmes, d'une part le coût lié à l'opération supplémentaire de laminage comparativement à un produit recuit, d'autre part les faibles capacités d'allongement et l'anisotropie planaire. C'est pourquoi des solutions à l'état recuit sont recherchées.

Le procédé usuel de fabrication des aciers inoxydables austénitiques est le
15 suivant : après laminage à chaud d'une bande suivi d'un recuit, on effectue un laminage à froid dont le taux dépend des caractéristiques finales visées. L'acier présente alors une bonne résistance mécanique, mais sa ductilité est trop réduite, notamment pour sa mise en forme ultérieure. Pour y pallier, il est soumis à un traitement final de recristallisation sous forme d'un recuit en four, c'est-à-dire un
20 chauffage avec maintien à température le temps nécessaire à la recristallisation complète avant refroidissement contrôlé.

L'objectif principal d'un recuit est de mettre le métal dans un état structural proche de l'état d'équilibre. En bref, on évacue l'énergie interne accumulée lors de l'écrouissage. En fait, un recuit de recristallisation va utiliser ce différentiel
25 d'énergie interne pour favoriser la germination de nouveaux grains métalliques et leur croissance. On comprend que plus l'accroissement d'énergie interne due à l'écrouissage est important, plus il y aura de chance d'avoir de nouveaux germes pendant le recuit, et donc une faible taille de grains finale. Aussi, est-il avantageux de réaliser un fort écrouissage préalablement au recuit.

30 La température de recristallisation est également un paramètre important pour contrôler la taille de grains finale puisque la mobilité des joints de grains augmente avec la température. Il est donc recommandé de baisser la température de recuit pour obtenir une structure à grains fins.

Toutefois, le chauffage classiquement mis en œuvre lors du recuit de recristallisation est également une hypertrempe, c'est-à-dire qu'il faut dépasser le solvus des carbures de chrome pour mettre en solution tout le carbone dans l'austénite. L'objectif de cette étape est d'éviter tout risque de corrosion localisée causée par les zones déchromées autour des carbures de chrome. La température de mise en solution des carbures de chrome constitue donc une limite à la diminution de la température de recuit pour affiner la microstructure. Cette limite dépend de la composition chimique et principalement de la teneur en carbone.

Un équilibre a été trouvé dans l'art antérieur en utilisant des aciers présentant des faibles teneurs en carbone, ce qui permet de baisser le solvus des carbures de chrome et de retarder la cinétique de précipitation. Comme on peut le voir sur la figure 1, avec une vitesse de chauffage d'environ 20 °C/s, représentée par la courbe V_c , et une teneur en carbone inférieure à 0,05 %, la température de recristallisation totale T_c est atteinte sans entrer dans le domaine A_1 de précipitation des carbures de chrome, relatif à ces aciers à teneur en C inférieure à 0,05%C.

La résistance mécanique de l'acier peut encore être améliorée par écrouissage après ce traitement thermique. Toutefois, afin de mieux répondre aux demandes de l'industrie automobile, il faudrait de nos jours pouvoir encore améliorer la résistance mécanique de tels aciers au-delà des limites imposées par les voies classiquement utilisées. C'est la raison pour laquelle, il a été tenté d'augmenter la teneur en carbone. Mais à ce jour, à la connaissance du Demandeur, tous les essais d'affinement de la taille de grains se sont soldés par des échecs, se traduisant par une forte précipitation de carbures de chrome causée par la baisse de la température de recuit.

L'invention a pour but d'apporter une réponse à ce problème non encore résolu grâce à un acier à microstructure essentiellement austénitique très fine, dont la teneur en carbone significativement augmentée par rapport à la pratique de l'art antérieur, permet d'obtenir une résistance mécanique accrue conjointement avec une très bonne résistance à la corrosion.

A cet effet, l'invention a pour objet une tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,05 \% \leq C \leq 0,30$

%, $0,3 \% \leq \text{Si} \leq 1 \%$, $0,5\% \leq \text{Mn} \leq 3 \%$, $4 \% \leq \text{Ni} \leq 10 \%$, $15 \% \leq \text{Cr} \leq 20 \%$, $\text{N} \leq 0,2 \%$, $\text{P} \leq 0,05 \%$, $\text{S} \leq 0,015 \%$, optionnellement $0,1 \leq \text{V} \leq 0,5 \%$, optionnellement $\text{Mo} \leq 3 \%$, optionnellement $\text{Cu} \leq 0,5 \%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure de l'acier étant essentiellement austénitique, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres, la tôle contenant des carbures de chrome précipités aux joints de grains austénitiques pour plus de 90% d'entre eux.

La composition comprend préférentiellement, les teneurs étant exprimées en poids : $0,09 \% \leq \text{C} \leq 0,30 \%$.

Préférentiellement encore, la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $16 \% \leq \text{Cr} \leq 18 \%$.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des compositions ci-dessus, puis
- on coule l'acier sous forme de brame, puis
- on lamine à chaud la brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
- on recuit la tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C , puis
- on décape la tôle laminée à chaud, puis
- on lamine à froid la tôle laminée à chaud, à un taux de réduction supérieur à 40 %, puis
- on effectue un traitement thermique de recristallisation totale sur la tôle laminée à froid, le traitement thermique comprenant une phase de chauffage rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800°C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C+50^{\circ}\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, de façon à obtenir une tôle chauffée et totalement recristallisée, puis
- on refroidit la tôle chauffée et totalement recristallisée, à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température T_m d'environ 750°C , puis
- on maintient la tôle à la température T_m durant une durée comprise entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome, puis
- on refroidit la tôle jusqu'à la température ambiante.

Préférentiellement, le chauffage rapide se fait jusqu'à une température supérieure à 800°C et inférieure ou égale à 900°C.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :

- 5 - on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des compositions ci-dessus, puis
- on coule l'acier sous forme de brame, puis
- on lamine à chaud la brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
- on recuit la tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C, puis
- 10 - on décape la tôle laminée à chaud, puis
- on lamine à froid la tôle laminée à chaud, à un taux de réduction supérieur à 40 %, puis
- on effectue un traitement thermique de recristallisation partielle sur la tôle laminée à froid, le traitement thermique comprenant une phase de chauffage
- 15 rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800 °C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C-50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, de façon à obtenir une tôle chauffée partiellement recristallisée, puis
- on refroidit la tôle chauffée partiellement recristallisée, à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température T_m d'environ 750 °C, puis
- 20 - on maintient la tôle à la température T_m durant une durée comprise entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome, puis
- on refroidit la tôle jusqu'à la température ambiante

Préférentiellement, le chauffage rapide se fait jusqu'à une température supérieure ou égale à 700°C et inférieure ou égale à 800 °C.

- 25 Selon une mise en œuvre préférée de l'invention, une fois le traitement thermique achevé, on fait subir à la tôle refroidie une opération de déformation à froid apte à générer l'apparition de martensite au sein de la structure de l'acier.

Le chauffage rapide est réalisé préférentiellement par induction électromagnétique.

- 30 Selon la variante mise en œuvre et la composition, notamment la teneur en carbone, la résistance peut varier entre 1000 et 1600 MPa environ.

L'invention a encore pour objet une installation pour la mise en œuvre d'un recuit de recristallisation comprenant un dispositif de chauffage rapide par induction électromagnétique pour chauffer la tôle durant la phase de chauffage lors de la mise en œuvre du procédé défini ci-dessus.

5 L'invention a également pour objet une tôle en acier inoxydable fabriquée par le procédé de fabrication ci-dessus.

L'invention a également pour objet une pièce mécanique en acier inoxydable obtenue à partir d'une tôle fabriquée par le procédé de fabrication ci-dessus.

10 L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle obtenue par le procédé de fabrication ci-dessus pour la fabrication de pièces de structure pour automobiles.

L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle obtenue par le procédé de fabrication ci-dessus pour la fabrication de joints de culasses de moteurs.

15 L'invention sera bien comprise et d'autres aspects et avantages apparaîtront plus clairement à la lecture de la description détaillée qui suit d'un exemple de réalisation donné en référence aux figures annexées, dans lesquelles :

20 La figure 1 est un diagramme représentant le chauffage d'un acier austénitique à teneur en carbone inférieure à 0,05% (dont le domaine A_1 de précipitation des carbures de chrome a été représenté) ou à teneur en carbone plus élevée (domaine de précipitation A_2) lors d'un recuit de recristallisation avec une vitesse de chauffage V_C selon l'art antérieur.

25 La figure 2 est un diagramme similaire illustrant un mode de réalisation selon l'invention avec un recuit de recristallisation totale suivi d'une déstabilisation de la structure. Le domaine A de précipitation des carbures de chrome a été également figuré ainsi que la température de recristallisation totale T_C .

30 Comme on l'aura sans doute déjà compris, l'invention consiste pour l'essentiel en une nouvelle tôle d'acier inoxydable austénitique à grains très fins, présentant une teneur en carbone significative, supérieure à 0,05 ou 0,09%, ainsi qu'en un nouveau procédé d'obtention d'une tôle à partir de cet acier qui compense les effets non souhaités de cette augmentation de la teneur en carbone par un recuit à chauffage très rapide permettant d'atteindre rapidement la température de recristallisation.

Comme on l'a vu précédemment le problème principal soulevé par le recuit de recristallisation d'un acier inoxydable austénitique est de pouvoir procéder à la recristallisation sans qu'advienne la précipitation des carbures de chrome. D'une part, ces carbures sont néfastes à la tenue à la corrosion de l'acier, mais ils empêchent d'autre part la recristallisation de démarrer. Or, comme on peut le voir sur la figure 1, lorsqu'on augmente la teneur en carbone, le nez de la zone de précipitation de ces carbures va se décaler vers la gauche : le domaine A_1 est relatif à des aciers à des aciers à moins de 0,05%C, le domaine A_2 à des aciers à teneur en carbone plus élevée. Les carbures se formeront plus facilement et donc plus vite. Une solution consisterait à chauffer l'acier à des températures allant au-delà de cette zone et à l'y maintenir jusqu'à ce que les carbures se remettent en solution. Malheureusement, les températures à atteindre pour y parvenir sont telles que le temps écoulé et la mobilité des joints de grains ne permettent plus alors d'obtenir un grain fin.

Ainsi, lorsqu'il augmente la teneur en carbone de l'acier en vue d'en augmenter la résistance mécanique, l'homme du métier se trouve donc à devoir choisir entre une bonne résistance à la corrosion ou une bonne résistance à la fatigue, par l'intermédiaire d'un grain fin et d'une haute résistance mécanique, alors qu'il souhaite bien légitimement obtenir les deux.

D'une manière surprenante, les présents inventeurs ont découvert qu'il était possible d'obtenir une recristallisation ou une hypertrempe homogène et complète de l'acier avant que les carbures de chrome ne précipitent, et ce pour des teneurs en carbone allant jusqu'à 0,3 %, voire même un peu au delà. Ceci a pu être obtenu en augmentant la vitesse de chauffage au delà de 50°C/s, bien que la température de recristallisation totale T_C augmente avec ladite vitesse de chauffage, ce qui augmente le risque d'atteindre la zone de précipitation de carbures.

Pour fixer les idées, avec des vitesses de chauffage conventionnelles en four de l'ordre de 20°C/s, les teneurs en carbone maximales admissibles pour obtenir une recristallisation et éviter une précipitation des carbures se situeraient autour de 0,07 à 0,08 % en moyenne. Un maximum de 0,15 %C même aurait parfois pu être atteint par certaines nuances.

Pour obtenir une tôle en acier selon l'invention, il faut d'abord élaborer, puis couler sous forme d'une brame, un acier inoxydable de composition telle que définie ci-dessous, qui comprend :

5 - du carbone à une teneur comprise entre 0,05 et 0,30 % en poids. Si la teneur en C est inférieure à 0,05%, la résistance mécanique est insuffisante. Une teneur en carbone supérieure ou égale à 0,09% se prête particulièrement bien au procédé décrit selon la figure 2. En revanche si la teneur est supérieure à 0,30 %, les efforts de laminage à froid sont considérablement augmentés ce qui réduit la gamme dimensionnelle accessible.

10 - du silicium à une teneur comprise entre 0,3 et 1 % en poids. Le silicium est utilisé à titre de désoxydant de l'acier liquide. En outre, il participe au durcissement en solution solide et diminue l'énergie de faute d'empilement qui contrôle en partie la transformation martensitique induite par la déformation. On limite sa teneur à 1 % en poids car il a tendance à perturber le procédé de fabrication de la tôle d'acier en posant des problèmes de ségrégation pendant la coulée en brame d'acier;

15 - du manganèse à une teneur comprise entre 0,5 et 3%. Le manganèse favorise la formation d'austénite et augmente la solubilité de l'azote dans l'austénite. Pour une teneur inférieure à 0,5%, le manganèse ne peut plus piéger le soufre sous forme de MnS et la forgeabilité à chaud se dégrade, causant des défauts de surface sur les bandes laminées à chaud. Au delà de 3%, ces effets sont saturés.

20 - du chrome à une teneur comprise entre 15 et 20 %. Le chrome favorise la formation de martensite de déformation, et est un élément essentiel pour conférer à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Si la teneur en chrome est inférieure à 15 %, la résistance à la corrosion sera insuffisante; si la teneur en chrome dépasse 20%, la fraction de ferrite pendant le laminage à chaud devient trop importante et peut conduire à la formation de criques de rives. Ces différents effets sont obtenus de façon stable dans une gamme préférentielle de 16 à 18% de chrome.

30 - du nickel à une teneur comprise entre 4 et 10 %. Le nickel stabilise l'austénite et favorise la re-passivation de l'acier. Il s'agit de la formation à la surface de l'acier d'un film protecteur très mince et de faible perméabilité ionique.

Si la teneur en nickel est inférieure à 5 %, la résistance à la corrosion de l'acier est insuffisante. Si la teneur en nickel est supérieure à 10 %, l'austénite se sur-stabilise. On ne forme alors plus suffisamment de martensite de déformation et les caractéristiques de l'acier sont insuffisantes;

5 - de l'azote à une teneur inférieure ou égale à 0,2 %. En plus de son action en faveur de la formation d'austénite, l'azote retarde la précipitation des carbures de chrome. Au delà de 0,2 %, il risque de détériorer la ductilité à chaud de l'acier;

10 - du phosphore à une teneur inférieure ou égale à 0,05 %. Le phosphore est un élément ségrégeant aisément. Il favorise le durcissement en solution solide de l'acier, cependant sa teneur doit être limitée à 0,05 % car il augmente la fragilité de l'acier et diminue son aptitude au soudage;

15 - du soufre à une teneur inférieure ou égale à 0,015 %. Le soufre est également un élément qui ségrége, dont la teneur doit être limitée afin d'éviter les fissures lors du laminage à chaud.

En outre, la composition peut inclure optionnellement:

20 - du vanadium à une teneur comprise entre 0,1 et 0,5 %. Le vanadium favorise la soudabilité de l'acier et freine la croissance des grains d'austénite dans la zone affectée par la chaleur. Au delà de 0,5 %, le vanadium ne contribue pas à l'amélioration de la soudabilité, et en dessous de 0,1 %, la soudabilité de l'acier n'est pas améliorée.

25 - du cuivre à une teneur inférieure ou égale à 0,5 %. Le cuivre favorise la formation d'austénite et contribue à la résistance contre la corrosion. Cependant, au delà d'une teneur de 0,5 %, l'austénite devient trop stable à température ambiante et la transformation martensitique par déformation est inhibée..

30 - du molybdène à une teneur inférieure ou égale à 3 %. Le molybdène favorise la formation de martensite de déformation et augmente la résistance à la corrosion, surtout s'il est combiné avec l'azote. Au delà de 3 %, la résistance à la corrosion de l'acier n'est plus améliorée et le durcissement à haute température rend le laminage à chaud trop difficile.

Le reste de la composition est constitué de fer et d'autres éléments que l'on s'attend habituellement à trouver en tant qu'impuretés résultant de

l'élaboration de l'acier inoxydable, ce dans des proportions qui n'influent pas sur les propriétés recherchées.

Une fois la brame coulée, elle est laminée à chaud dans un train à bandes pour former une tôle laminée à chaud. Celle-ci est recuite à une température supérieure à 1000°C dans le but de permettre le laminage ultérieur à froid. La tôle est ensuite décapée par un procédé connu en lui-même.

La tôle laminée à chaud est ensuite laminée à froid à température ambiante à un taux de réduction supérieur à 40 %.

Ce laminage va générer de nombreuses dislocations au sein de l'acier. Il va même se former de la martensite (appelée martensite de déformation) qui se présente sous forme de lattes. Ces évolutions microstructurales vont augmenter l'énergie interne de l'acier. L'augmentation de la température durant le traitement thermique qui va suivre, va permettre de ramener le métal vers l'équilibre thermodynamique.

Lorsque l'écroûissage est suffisant, la force de retour vers l'équilibre va permettre la germination de nouveaux grains et leur croissance. Ainsi, plus l'écroûissage préalable aura été important, plus on obtiendra un grain fin. C'est pourquoi un taux de réduction inférieur à 40 % est insuffisant pour conférer à l'acier inoxydable selon l'invention les caractéristiques requises.

Enfin, la tôle laminée à froid subit un traitement thermique de manière à conférer à l'acier inoxydable une structure recristallisée totalement ou partiellement.

Selon un premier mode de réalisation, le traitement thermique selon l'invention consiste à faire subir à la tôle d'acier laminée à froid un recuit de recristallisation totale comprenant, dans un premier temps, une phase de chauffage rapide à une vitesse comprise entre 50 et 800 °C/s afin d'atteindre une température comprise entre T_C et $T_C+50^\circ\text{C}$. On effectuera préférentiellement le chauffage rapide à une température supérieure à 800°C et inférieure ou égale à 900°C.

Cette température doit être atteinte en effet avant que ne débute la précipitation des carbures de chrome. Après refroidissement dans les conditions selon l'invention, on obtient un grain austénitique ultra-fin, de taille moyenne inférieure à 2 micromètres.

En effet, l'obtention d'un grain fin ne dépend pas uniquement du taux d'écrouissage préalable, mais aussi des conditions de recuit (température et temps de maintien). On notera que plus la teneur en carbone de l'acier est importante, plus la vitesse de chauffage doit être élevée. Ainsi, pour une teneur en carbone de 0,05 % on peut se contenter d'une vitesse de chauffage de l'ordre de 50 °C/s, mais il faut atteindre les 200 °C/s lorsque la teneur en carbone se situe autour de 0,2 %. Pour une teneur en carbone de l'ordre de 0,09-0,1%, la vitesse de chauffage devra atteindre 100°C/s environ.

Selon l'invention, une telle vitesse de chauffage est atteinte par l'emploi d'un dispositif de chauffage par induction électromagnétique. Une mise en œuvre adéquate d'un tel dispositif, notamment par le choix de la fréquence du courant électrique d'excitation, permet d'obtenir rapidement des températures si élevées qu'il n'est même plus nécessaire de prévoir une phase de maintien d'homogénéisation comme on peut le voir sur la figure 2.

Puisque la température de recristallisation est atteinte plus rapidement qu'auparavant, un avantage du procédé selon l'invention est qu'il y a moins de perte d'énergie interne durant la phase de chauffage. Il devient dès lors possible d'obtenir une même finesse de grain pour un taux d'écrouissage moins fort que par le passé.

Bien que l'augmentation de la teneur en carbone permette déjà en soi d'obtenir des caractéristiques de résistance élevées, il est possible encore de les améliorer.

Par exemple, il est possible de n'effectuer qu'une recristallisation partielle de l'acier en chauffant seulement la tôle jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C-50^\circ\text{C}$. On chauffera préférentiellement la tôle à une température supérieure ou égale à 700°C et inférieure ou égale à 800 °C. Dans ce cas, la martensite ne disparaît pas totalement au profit de l'austénite. On la retrouve donc sous forme d'îlots martensitiques répartis de façon homogène dans l'acier. Cette présentation sous forme d'îlots permet de ne pas trop nuire à l'allongement à la rupture et à la formabilité de l'acier. De préférence, l'acier ne doit pas présenter toutefois plus de 1 % en volume de martensite. Au delà de cette limite, les propriétés d'allongement à la rupture (A%) de l'acier pourraient s'en trouver détériorées.

Après le traitement thermique de recristallisation totale ou partielle, on refroidit ensuite la tôle par étapes, comme le présente la figure 2 : un premier refroidissement est effectué à une vitesse supérieure à 50°C/s de façon à se placer au voisinage du nez de précipitation en conditions isothermes. Ce premier
5 refroidissement est effectué par exemple, jusqu'à une température T_m d'environ 750 °C, c'est à dire entre 700 et 800°C, où l'on effectue un maintien d'une durée comprise entre 1 et 100 secondes. Puis, la tôle est refroidie jusqu'à la température ambiante. De la sorte, les carbures de chrome vont précipiter majoritairement, c'est à dire pour plus de 90% d'entre eux, au niveau des joints de grains
10 austénitiques. Cette précipitation après austénitisation va déstabiliser la structure et accroître les caractéristiques mécaniques finales de l'acier. En effet, les carbures de chrome précipitant majoritairement aux joints des grains austénitiques, et ces derniers étant très fins (leur taille moyenne est inférieure à 2 micromètres), on risque moins à ce niveau de détériorer la résistance à la
15 corrosion intergranulaire.

Enfin, il est également possible de faire subir à la tôle une déformation à froid supplémentaire, en particulier par laminage, après le traitement de recristallisation. Cette déformation plastique finale va permettre de transformer une partie de l'austénite en martensite de déformation et d'augmenter encore la
20 résistance mécanique.

L'invention sera particulièrement mise à profit pour la fabrication de joints de culasses de moteurs, qui requièrent une limite d'élasticité élevée et une bonne résistance à la fatigue et à la corrosion.

Il va de soi que l'invention ne saurait se limiter aux exemples explicités
25 dans le présent mémoire, mais qu'elle s'étend à de multiples variantes ou équivalents dans la mesure où est respectée sa définition donnée dans les revendications jointes.

REVENDICATIONS

5

1 – Tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,05 \% \leq C \leq 0,30 \%$$

$$0,3 \% \leq Si \leq 1 \%$$

10

$$0,5\% \leq Mn \leq 3 \%$$

$$4 \% \leq Ni \leq 10 \%$$

$$15 \% \leq Cr \leq 20 \%$$

$$N \leq 0,2 \%$$

$$P \leq 0,05 \%$$

15

$$S \leq 0,015 \%$$

$$\text{optionnellement } 0,1 \leq V \leq 0,5 \%$$

$$\text{optionnellement } Mo \leq 3 \%$$

$$\text{optionnellement } Cu \leq 0,5 \%$$

20

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant essentiellement austénitique, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres, ladite tôle contenant des carbures de chrome précipités aux joints desdits grains austénitiques pour plus de 90% d'entre eux

25

2 - Tôle en acier selon la revendication 1, caractérisée en ce que sa composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids

$$0,09 \% \leq C \leq 0,30 \%$$

30

3 - Tôle en acier selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que sa composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids

$$16 \% \leq Cr \leq 18 \%$$

4 - Procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, puis
 - on coule l'acier sous forme de brame, puis
 - on lamine à chaud ladite brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
 - 5 - on recuit ladite tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C, puis
 - on décape ladite tôle laminée à chaud, puis
 - on lamine à froid ladite tôle laminée à chaud, à un taux de réduction supérieur à 40 %, puis
 - 10 - on effectue un traitement thermique de recristallisation totale sur ladite tôle laminée à froid, ledit traitement thermique comprenant une phase de chauffage rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800 °C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C+50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, de façon à obtenir une tôle chauffée et totalement recristallisée, puis
 - 15 - on refroidit ladite tôle chauffée et totalement recristallisée, à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température T_m d'environ 750 °C, puis
 - on maintient ladite tôle à ladite température T_m durant une durée comprise entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome, puis
 - on refroidit ladite tôle jusqu'à la température ambiante
 - 20
- 5 – Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que ledit chauffage rapide se fait jusqu'à une température supérieure à 800°C et inférieure ou égale à 900°C.
- 6 - Procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :
- 25 - on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, puis
 - on coule l'acier sous forme de brame, puis
 - on lamine à chaud ladite brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
 - on recuit ladite tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C,
 - 30 puis
 - on décape ladite tôle laminée à chaud, puis
 - on lamine à froid ladite tôle laminée à chaud, à un taux de réduction supérieur à 40 %, puis

- on effectue un traitement thermique de recristallisation partielle sur ladite tôle laminée à froid, ledit traitement thermique comprenant une phase de chauffage rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800 °C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C-50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, de façon à obtenir une tôle chauffée partiellement recristallisée, puis
- 5 - on refroidit ladite tôle chauffée partiellement recristallisée, à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température T_m d'environ 750 °C, puis
- on maintient ladite tôle à ladite température T_m durant une durée comprise entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome, puis
- 10 - on refroidit ladite tôle jusqu'à la température ambiante

7 – Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que ledit chauffage rapide se fait jusqu'à une température supérieure ou égale à 700°C et inférieure ou égale à 800 °C.

15

8 – Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7 caractérisé en ce qu'une fois ledit traitement thermique achevé, on fait subir à ladite tôle refroidie une opération de déformation à froid apte à générer l'apparition de martensite au sein de la structure de l'acier.

20

9 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 8 caractérisé en ce que ledit chauffage rapide est réalisé par induction électromagnétique

10 - Installation pour un recuit de recristallisation de tôle en acier inoxydable austénitique selon l'une quelconque des revendications 4 à 7 caractérisée en ce qu'elle comprend un dispositif de chauffage rapide par induction électromagnétique pour chauffer ladite tôle durant ladite phase de chauffage.

25

11 – Tôle en acier inoxydable issue du procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 4 à 9

30

12 – Pièce mécanique en acier inoxydable obtenue à partir d'une tôle selon la revendication 11

13 – Utilisation d'une tôle selon la revendication 11 pour la fabrication de pièces de structure pour automobiles.

5 14 – Utilisation d'une tôle selon la revendication 11 pour la fabrication de joints de culasses de moteurs

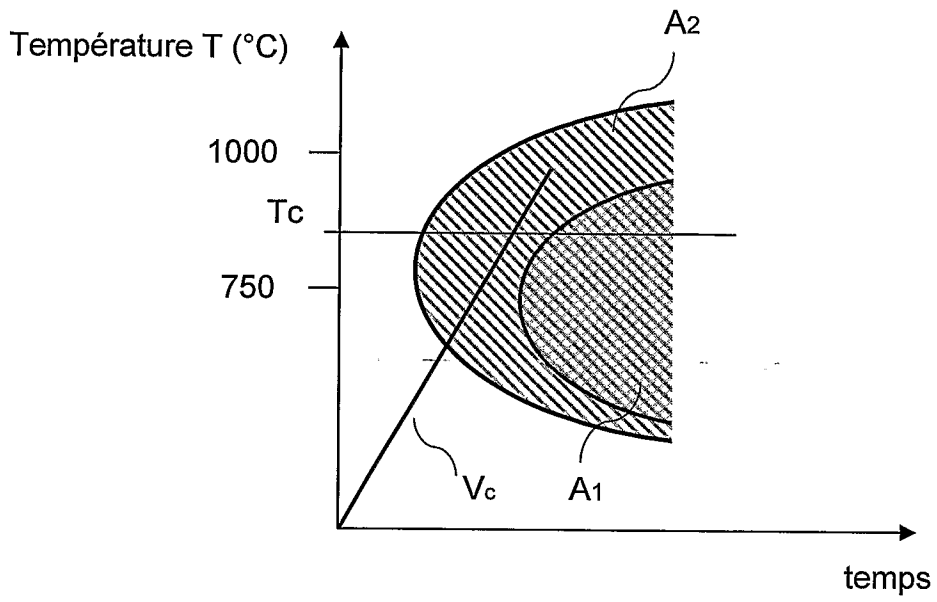


Figure 1

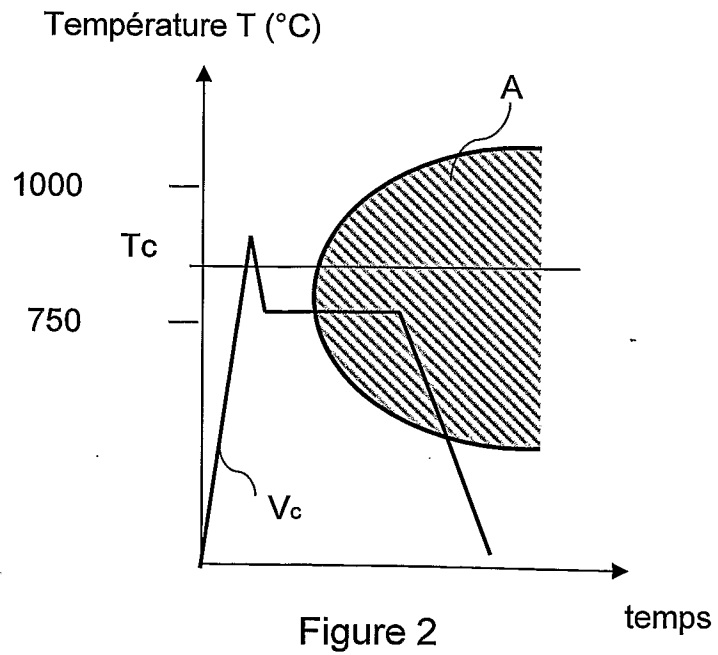


Figure 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2008/001687

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C22C38/40 C22C38/42 C22C38/44 C22C38/46

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)

C22C 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)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 739 200 A (UGINE & ALZ FRANCE [FR]) 3 January 2007 (2007-01-03) paragraphs [0017], [0028], [0052] - [0061], [0083], [0084]; claims 1-14; tables 1,2	1-14
A	-----	4-9
X	GB 473 331 A (UNITED STATES STEEL CORP) 6 October 1937 (1937-10-06) page 7; claims 1-4; figures 2,4,5	1-3, 10-14
A	-----	4-9
	-/--	

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family 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.

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26 juin 2009

Date of mailing of the international search report

03/07/2009

Name and mailing address of the ISA/

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

Authorized officer

Catana, Cosmin

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2008/001687

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>SINGH ET AL: "The importance of grain size relative to grain boundary character on the sensitization of metastable austenitic stainless steel" SCRIPTA MATERIALIA, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 57, no. 3, 22 May 2007 (2007-05-22), pages 185-188, XP022089751 ISSN: 1359-6462 abstract; figures 1-3 page 187, right-hand column</p>	1-3
A	<p>GB 1 057 168 A (ATOMIC ENERGY AUTHORITY UK) 1 February 1967 (1967-02-01) page 2, lines 20-33; claims 1-14; table II claim 7; example 5</p>	1-14
A	<p>WASNIK D N ET AL: "RESISTANCE TO SENSITIZATION AND INTERGRANULAR CORROSION THROUGH EXTREME RANDOMIZATION OF GRAIN BOUNDARIES" ACTA MATERIALIA, ELSEVIER, OXFORD, GB, vol. 50, no. 18, 28 October 2002 (2002-10-28), pages 4587-4601, XP002394274 ISSN: 1359-6454 page 4598, left-hand column abstract paragraphs [02.1], [0005]</p>	1-14
A	<p>FR 2 864 108 A (UGINE ET ALZ FRANCE [FR]) 24 June 2005 (2005-06-24) claims 1-11; tables 1,2</p>	1-14
A	<p>GB 1 224 114 A (JAPAN ATOMIC ENERGY RES INST [JP]) 3 March 1971 (1971-03-03) claims 1-11; figures 1-3</p>	1-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/FR2008/001687

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 1739200	A	03-01-2007	AT 417135 T 15-12-2008
			CN 101384744 A 11-03-2009
			DK 1899490 T3 02-03-2009
			ES 2317540 T3 16-04-2009
			WO 2007003725 A1 11-01-2007
			JP 2009503246 T 29-01-2009
			KR 20080034852 A 22-04-2008
			PT 1899490 E 30-01-2009
			<hr/>
GB 473331	A	06-10-1937	NONE
<hr/>			
GB 1057168	A	01-02-1967	NONE
<hr/>			
FR 2864108	A	24-06-2005	NONE
<hr/>			
GB 1224114	A	03-03-1971	NONE
<hr/>			

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2008/001687

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

INV. C22C38/40 C22C38/42 C22C38/44 C22C38/46

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)

C22C 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 cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 1 739 200 A (UGINE & ALZ FRANCE [FR]) 3 janvier 2007 (2007-01-03) alinéas [0017], [0028], [0052] - [0061], [0083], [0084]; revendications 1-14; tableaux 1,2	1-14
A	-----	4-9
X	GB 473 331 A (UNITED STATES STEEL CORP) 6 octobre 1937 (1937-10-06) page 7; revendications 1-4; figures 2,4,5	1-3, 10-14
A	-----	4-9
	-/--	

 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

26 juin 2009

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

03/07/2009

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,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Catana, Cosmin

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	<p>SINGH ET AL: "The importance of grain size relative to grain boundary character on the sensitization of metastable austenitic stainless steel" SCRIPTA MATERIALIA, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 57, no. 3, 22 mai 2007 (2007-05-22), pages 185-188, XP022089751 ISSN: 1359-6462 abrégé; figures 1-3 page 187, colonne de droite</p>	1-3
A	<p>GB 1 057 168 A (ATOMIC ENERGY AUTHORITY UK) 1 février 1967 (1967-02-01) page 2, ligne 20-33; revendications 1-14; tableau II revendication 7; exemple 5</p>	1-14
A	<p>WASNIK D N ET AL: "RESISTANCE TO SENSITIZATION AND INTERGRANULAR CORROSION THROUGH EXTREME RANDOMIZATION OF GRAIN BOUNDARIES" ACTA MATERIALIA, ELSEVIER, OXFORD, GB, vol. 50, no. 18, 28 octobre 2002 (2002-10-28), pages 4587-4601, XP002394274 ISSN: 1359-6454 page 4598, colonne de gauche abrégé alinéas [02.1], [0005]</p>	1-14
A	<p>FR 2 864 108 A (UGINE ET ALZ FRANCE [FR]) 24 juin 2005 (2005-06-24) revendications 1-11; tableaux 1,2</p>	1-14
A	<p>GB 1 224 114 A (JAPAN ATOMIC ENERGY RES INST [JP]) 3 mars 1971 (1971-03-03) revendications 1-11; figures 1-3</p>	1-14

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2008/001687

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1739200	A	03-01-2007	AT 417135 T 15-12-2008
			CN 101384744 A 11-03-2009
			DK 1899490 T3 02-03-2009
			ES 2317540 T3 16-04-2009
			WO 2007003725 A1 11-01-2007
			JP 2009503246 T 29-01-2009
			KR 20080034852 A 22-04-2008
			PT 1899490 E 30-01-2009
<hr/>			
GB 473331	A	06-10-1937	AUCUN
<hr/>			
GB 1057168	A	01-02-1967	AUCUN
<hr/>			
FR 2864108	A	24-06-2005	AUCUN
<hr/>			
GB 1224114	A	03-03-1971	AUCUN
<hr/>			