



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2012/08/08  
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2013/02/14  
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 2014/01/28  
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2012/065523  
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2013/021009  
 (30) Priorité/Priority: 2011/08/09 (FR1157254)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C22C 38/12* (2006.01),  
*C21D 1/06* (2006.01), *C22C 38/18* (2006.01),  
*C23C 8/22* (2006.01), *E21B 10/46* (2006.01)  
 (71) Demandeur/Applicant:  
 ASCOMETAL, FR  
 (72) Inventeur/Inventor:  
 MENDIBIDE, CHRISTOPHE, FR  
 (74) Agent: ROBIC

(54) Titre : ACIER POUR LA FABRICATION DE PIÈCES CEMENTÉES, PIÈCE CEMENTÉE RÉALISÉE AVEC CET  
 ACIER ET SON PROCÉDE DE FABRICATION  
 (54) Title: STEEL FOR MANUFACTURING CARBURIZED STEEL PARTS, CARBURIZED STEEL PARTS PRODUCED  
 WITH SAID STEEL, AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(57) **Abrégé/Abstract:**

Acier pour la fabrication de pièces cémentées, caractérisé en ce que sa composition, en pourcentages pondéraux est : - 0,1% ≤ C ≤ 0,15%; - 0,8% ≤ Mn ≤ 2%; - 1% ≤ Cr ≤ 2,5%; - 0,2% ≤ Mo ≤ 0,6%; - traces ≤ Si ≤ 0,35%; - traces ≤ Ni ≤ 0,7%; - traces ≤ B ≤ 0,005%; - traces ≤ Ti ≤ 0,1%; - traces ≤ N ≤ 0,01% si 0.0005 % (5ppm) ≤ B ≤ 0,005%, et traces ≤ N ≤ 0.02 % si traces ≤ B ≤ 0.0005 % (5ppm); - traces ≤ Al ≤ 0,1%; - traces ≤ V ≤ 0,3%; - traces ≤ P ≤ 0,025%; - traces ≤ Cu ≤ 1%, de préférence < 0.6 %; - traces ≤ S ≤ 0,1%; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Pièce cémentée réalisée avec cet acier, et son procédé de fabrication.



## (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  
14 février 2013 (14.02.2013)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2013/021009 A1

## (51) Classification internationale des brevets :

C22C 38/12 (2006.01) C23C 8/22 (2006.01)  
C22C 38/18 (2006.01) E21B 10/46 (2006.01)  
C21D 1/06 (2006.01)

## (21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2012/065523

## (22) Date de dépôt international :

8 août 2012 (08.08.2012)

## (25) Langue de dépôt :

français

## (26) Langue de publication :

français

## (30) Données relatives à la priorité :

1157254 9 août 2011 (09.08.2011) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : ASCO-METAL [FR/FR]; Immeuble "Le Colisée", 8 avenue de l'Arche, Faubourg de l'Arche, F-92400 Courbevoie (FR).

## (72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (pour US seulement) : MENDIBIDE, Christophe [FR/FR]; 31 rue des andelins, F-54530 Pagny-sur-Moselle (FR).

(74) Mandataires : DOMENEGO, Bertrand et al.; Cabinet Lavoix, 2 place d'Estienne d'Orves, F-75009 Paris (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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

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

## Publiée :

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

(54) Title : STEEL FOR MANUFACTURING CARBURIZED STEEL PARTS, CARBURIZED STEEL PARTS PRODUCED WITH SAID STEEL, AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) Titre : ACIER POUR LA FABRICATION DE PIÈCES CÉMENTÉES, PIÈCE CÉMENTÉE RÉALISÉE AVEC CET ACIER ET SON PROCÉDÉ DE FABRICATION

(57) Abstract : The invention relates to steel for manufacturing carburized steel parts, characterized in that the composition thereof is: 0.1 wt %  $\leq$  C  $\leq$  0.15 wt %; 0.8 wt %  $\leq$  Mn  $\leq$  2 wt %; 1 wt %  $\leq$  Cr  $\leq$  2.5 wt %; 0.2 wt %  $\leq$  Mo  $\leq$  0.6 wt %; trace elements  $\leq$  Si  $\leq$  0.35 wt %; trace elements  $\leq$  Ni  $\leq$  0.7 wt %; trace elements  $\leq$  B  $\leq$  0.005 wt %; trace elements  $\leq$  Ti  $\leq$  0.1 wt %; trace elements  $\leq$  N  $\leq$  0.01 wt % if 0.0005 wt % (5ppm)  $\leq$  B  $\leq$  0.005 wt %, and trace elements  $\leq$  N  $\leq$  0.02 wt % if trace elements  $\leq$  B  $\leq$  0.0005 wt % (5ppm); - traces  $\leq$  Al  $\leq$  0.1 wt %; trace elements  $\leq$  V  $\leq$  0.3 wt %; trace elements  $\leq$  P  $\leq$  0.025 wt %; trace elements  $\leq$  Cu  $\leq$  1 wt %, preferably  $<$  0.6 wt %; and trace elements  $\leq$  S  $\leq$  0.1 wt %, the remainder being iron and impurities resulting from production. The invention also relates to a carburized steel part produced with said steel, and to the method for manufacturing same.(57) Abrégé : Acier pour la fabrication de pièces cémentées, caractérisé en ce que sa composition, en pourcentages pondéraux est : - 0,1%  $\leq$  C  $\leq$  0,15%; - 0,8%  $\leq$  Mn  $\leq$  2%; - 1%  $\leq$  Cr  $\leq$  2,5%; - 0,2%  $\leq$  Mo  $\leq$  0,6%; - traces  $\leq$  Si  $\leq$  0,35%; - traces  $\leq$  Ni  $\leq$  0,7%; - traces  $\leq$  B  $\leq$  0,005%; - traces  $\leq$  Ti  $\leq$  0,1%; - traces  $\leq$  N  $\leq$  0,01% si 0.0005 % (5ppm)  $\leq$  B  $\leq$  0,005%, et traces  $\leq$  N  $\leq$  0.02 % si traces  $\leq$  B  $\leq$  0.0005 % (5ppm); - traces  $\leq$  Al  $\leq$  0,1%; - traces  $\leq$  V  $\leq$  0,3%; - traces  $\leq$  P  $\leq$  0,025%; - traces  $\leq$  Cu  $\leq$  1%, de préférence  $<$  0.6 %; - traces  $\leq$  S  $\leq$  0,1%; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Pièce cémentée réalisée avec cet acier, et son procédé de fabrication.

WO 2013/021009 A1

**Acier pour la fabrication de pièces cémentées, pièce cémentée réalisée  
avec cet acier et son procédé de fabrication**

L'invention concerne la sidérurgie, et plus particulièrement les nuances d'aciers de cémentation présentant une résilience élevée.

5 Une des principales applications de tels aciers est la fabrication de pièces mécaniques de gros format et plus particulièrement la fabrication de trépan de forage (« drill bits »).

10 Un tel trépan est un outil forgé constitué de trois cônes rotatifs en acier "enchevêtrés" les uns dans les autres et permettant de broyer les formations géologiques lors des opérations d'exploration pétrolière ou gazière. Ces trois cônes sont en rotation, par l'intermédiaire d'un ou plusieurs roulements, sur trois bras en acier assemblés par soudage. Les pistes de roulement usinées sur les bras et à l'intérieur des cônes sont généralement, dans les procédés classiques de production, traitées superficiellement par cémentation atmosphérique pour atteindre une profondeur conventionnelle, où la dureté  
15 Vickers est de 550 HV, comprise en moyenne entre 1 et 1,5 mm.

La présente invention concerne une nouvelle nuance d'acier pouvant être utilisée pour la fabrication des cônes et des bras. Il existe plusieurs sortes de tels trépan. L'une d'elles est le trépan à "dent insérées" c'est à dire dans lequel des picots, le plus souvent en carbure de tungstène obtenu par métallurgie des poudres, sont sertis dans chacun des  
20 cônes. L'acier faisant l'objet de la présente invention ne se limite pas, dans son utilisation, à ce type de trépan, et pourrait également être utilisé pour la production de trépan à "dents usinées".

Actuellement, les nuances de référence utilisées pour la fabrication des cônes et des bras constituant les trépan sont des aciers fortement alliés au nickel à des teneurs  
25 pouvant atteindre 3,5% en poids (notamment la nuance de type 15NiCrMo13). Cet élément d'alliage est considéré habituellement comme nécessaire pour conférer au produit le niveau de ductilité indispensable pour résister à la sévérité des sollicitations mécaniques subies en service. Cette ductilité doit être associée à des caractéristiques de traction et à une trempabilité élevée. Les propriétés typiquement recherchées pour ces  
30 nuances sont, en effet :

- une trempabilité telle que la courbe Jominy soit horizontale, typiquement au moins sur une profondeur de 20mm ; tel que décrit dans le document FR-A-2 765 890, cette caractéristique peut être évaluée par le coefficient  $\beta$  correspondant à la différence de dureté entre les points Jominy  $J_{15}$  et  $J_3$ . Pour que la trempabilité soit suffisante, il  
35 convient que la courbe Jominy vérifie  $\beta < 3.5$  HRC et  $J_1 > 40$  HRC ; on rappelle que la courbe Jominy est une courbe qui traduit la trempabilité d'un acier ; elle est obtenue au

moyen d'un essai normalisé (notamment par la norme NF EN ISO 642) en mesurant la dureté le long d'une génératrice d'une éprouvette cylindrique trempée par un jet d'eau arrosant l'une de ses extrémités ; la dureté mesurée à une profondeur de  $x$  mm à partir de ladite extrémité est désignée par  $J_x$  ;

- 5           - une limite d'élasticité  $R_e$  supérieure à 900 MPa ;  
          - une résistance à la traction  $R_m$  supérieure à 1200 MPa, ;  
          - une résilience  $K_v$  mesurée à 20 °C supérieure à 75 J ;  
          - une bonne aptitude à la cémentation atmosphérique ; elle se traduit, notamment par la possibilité de trouver des conditions de cémentation atmosphérique permettant
- 10 d'atteindre les caractéristiques suivantes :
- une profondeur de cémentation à 550 HV comprise entre 1.2 et 1.5 mm;
  - une dureté superficielle supérieure à 670 HV ;
  - une taille de grain austénitique telle que l'indice de grain est supérieur à ASTM 5 ;
- 15           • une teneur volumique superficielle maximale en austénite résiduelle (à 20  $\mu$ m sous la peau du métal) dans la couche cémentée inférieure à une teneur de l'ordre de 40 %, telle que ce qui est typiquement recherché après traitement des nuances de cémentation de type 15NiCrMo13.

Cependant, les aciers habituellement utilisés dans ce contexte ont, comme on l'a

20 dit, une teneur en Ni nécessitant un ajout significatif de cet élément onéreux et dont le prix d'achat est très variable dans le temps. On a donc essayé de remplacer ces aciers par des aciers de cémentation sans Ni ayant une résilience améliorée.

Le document US-A-6 146 472 en présente un exemple. L'augmentation de la résilience y est obtenue par un contrôle de la résistance au grossissement du grain

25 austénitique via l'utilisation d'un microalliage Nb-Al-N, associé à un traitement thermique optimisé. Cependant, les valeurs de résiliences indiquées dans ce document sont au mieux voisines de 60J, et les exemples présentés sont des coulées qui ne permettent pas de vérifier le critère de trempabilité  $\beta < 3.5$  HRC.

De même, le document US-A-2005/0081962 décrit un acier pour cémentation

30 n'utilisant pas de Ni, mais dont la résilience n'excède pas 51 J, ce qui n'est pas suffisant.

Le but de l'invention est de proposer un acier de cémentation utilisable notamment pour la fabrication de trépan, ne nécessitant pas d'addition de Ni et répondant néanmoins à tous les critères de ductilité, trempabilité,  $R_e$ ,  $R_m$  et  $K_v$  cités plus haut.

35           A cet effet, l'invention a pour objet un acier pour la fabrication de pièces cémentées, caractérisé en ce que sa composition, en pourcentages pondéraux est :

- 0,1% ≤ C ≤ 0,15% ;
- 0,8% ≤ Mn ≤ 2% ;
- 1% ≤ Cr ≤ 2,5% ;
- 0,2% ≤ Mo ≤ 0,6% ;
- 5 - traces ≤ Si ≤ 0,35% ;
- traces ≤ Ni ≤ 0,7%, de préférence traces ≤ Ni ≤ 0,3% ;
- traces ≤ B ≤ 0,005% ;
- traces ≤ Ti ≤ 0,1%, de préférence traces ≤ Ti ≤ 0,04% ;
- traces ≤ N ≤ 0,01% si 0.0005 % < B ≤ 0,005%, et traces ≤ N ≤ 0.02 % si traces
- 10 ≤ B ≤ 0.0005 % ;
- traces ≤ Al ≤ 0,1% ;
- traces ≤ V ≤ 0,3% ;
- traces ≤ P ≤ 0,025% ;
- traces ≤ S ≤ 0,1% ;
- 15 - traces ≤ Cu ≤ 1%, de préférence ≤ 0,6% ;

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

De préférence, traces ≤ O ≤ 30 ppm.

L'invention a également pour objet une pièce cémentée en acier, caractérisée en ce qu'elle est en un acier ayant la composition précédente et en ce qu'elle a subi une

20 cémentation.

Il peut s'agir d'un trépan de forage.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce cémentée, caractérisé en ce que :

- on prépare une ébauche de ladite pièce en un acier ayant la composition

25 précédente. Cette mise en forme peut être réalisée par un procédé quelconque (forgeage, usinage, laminage...)

- et on pratique une cémentation sur ladite ébauche.

Dans le cas d'un procédé de cémentation atmosphérique, la succession d'étapes peut être la suivante :

30 - chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement.

- palier d'enrichissement à une température de 900 à 980°C pendant 3 à 20 h et à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2% ;

- diffusion à une température de 820 à 880°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 4 h ;

35 - trempe à l'huile à une température inférieure ou égale à 160°C

- revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée comprise entre 1 et 4h.

Dans le cas où la cémentation est effectuée à basse pression, ladite pression peut être de 5 à 20 mbar, et la succession d'étapes de la cémentation peut être la  
5 suivante :

- chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement.

- palier d'enrichissement à une température de 900 à 980°C pendant 3 à 20 h et à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2% ;

10 - diffusion à une température de 890 à 950°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 4 h ;

- trempe à une température inférieure ou égale à 160°C

- revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée comprise entre 1 et 4h.

15 Comme on l'aura compris, l'invention repose sur un ajustement soigné de la composition de l'acier, permettant de satisfaire tous les critères cités plus haut.

En outre l'acier objet la présente invention se différencie également de celui décrit dans US-A-6 146 472 en ce que les résiliences accessibles sont significativement supérieures, et en ce que l'amélioration de la résilience n'est pas générée, au moins principalement, par un contrôle de la taille de grain. Ceci présente l'avantage de ne pas  
20 modifier l'aptitude de la nuance au traitement thermomécanique et de limiter le risque de grossissement anormal du grain austénitique lors de la cémentation. L'effet ségrégeant du niobium risquant de conduire à une taille de grain austénitique hétérogène est, notamment, évité. Le niveau de résilience accessible par la présente invention est également significativement plus élevé.

25 Le type de cémentation utilisable avec l'acier décrit dans la présente invention ne se limite pas au procédé de cémentation atmosphérique qui pourrait être remplacé par d'autres procédés de durcissement superficiel, par exemple la cémentation basse pression.

30 La présente invention repose sur un acier dont la composition est définie ci-dessous. Toutes les teneurs sont données en pourcentages pondéraux. En utilisant une composition définie comme décrit ci-après, il est possible d'élaborer, sans addition volontaire de nickel et sans utiliser de quantités importantes d'autres éléments coûteux, un acier ayant une trempabilité, des caractéristiques mécaniques après trempe suivie d'un revenu et une aptitude à la cémentation (prise de carbone, résilience à cœur, profondeur  
35 de cémentation, teneur en austénite résiduelle...) voisines de celles des nuances de référence à 3,5% de Ni utilisées habituellement pour la fabrication des trépan de forage.

La teneur en C est comprise entre 0,10% et 0,15%, soit une teneur en carbone limitée à une gamme relativement étroite, et qui est faible, comparativement à celles généralement rencontrées dans les aciers de cémentation. Cette faible teneur en carbone permet d'atteindre des résiliences très élevées dans le cœur des pièces cémentées. La  
5 perte de trempabilité et la diminution de la dureté à cœur des produits après cémentation, qui résulteraient normalement de cet abaissement de la teneur en C, sont compensées par un ajustement optimisé de la concentration des autres éléments d'alliage.

La teneur en Mn est comprise entre 0,8% et 2%. Le manganèse est utilisé avec le chrome et le molybdène pour compenser la perte de trempabilité associée à la  
10 diminution de la teneur en carbone. Pour que son effet soit suffisant, une teneur supérieure ou égale à 0,8% est requise. Cet élément d'alliage pouvant poser des problèmes de ségrégation, il est préférable que sa concentration n'excède pas 2%.

La teneur en Cr est comprise entre 1% et 2,5%. Comme le manganèse, le chrome est utilisé pour assurer un niveau de trempabilité suffisant à la nuance. La teneur  
15 minimale de 1% est choisie pour que l'effet de cet élément d'alliage sur la trempabilité soit suffisant. La teneur maximale de 2,5 % est définie de manière à éviter un effet néfaste sur les propriétés d'emploi, notamment par formation de carbures de chrome grossiers.

La teneur en Mo est comprise entre 0,2% et 0,6 %. Le molybdène est un troisième élément utilisé pour ajuster la trempabilité de la nuance. Il s'agit également d'un  
20 élément d'alliage qui peut être judicieusement utilisé pour augmenter la résilience, notamment à basse température. Le molybdène permet aussi d'exacerber l'effet du bore sur la trempabilité, et peut donc être utilisé à cet effet dans le cas de nuance alliées au bore. Pour une teneur inférieure à 0,2% l'augmentation de la trempabilité est trop faible et cette valeur est donc choisie comme niveau minimum. Pour de fortes concentrations, le  
25 molybdène tend à diminuer l'aptitude des aciers au forgeage. En outre, comme il s'agit d'un élément d'alliage onéreux, son utilisation à une teneur excessive conduirait à une perte du bénéfice économique apporté par la non-utilisation de nickel. Pour ces raisons, une teneur maximale de 0,6% est préférée.

La teneur en Si est inférieure à 0,35 %. Tout comme l'aluminium, le silicium peut  
30 être utilisé comme élément de désoxydation. Pour un acier qui a été désoxydé par ajout de silicium, la teneur résiduelle de cet élément n'excède de toute façon généralement pas 0,35%. Il convient également de ne pas dépasser une teneur de 0,35% dans les aciers de l'invention, car le silicium est un élément d'alliage qui peut limiter, par effet barrière, la prise de carbone lors de la cémentation.

35 La teneur en Ni est inférieure ou égale à 0,7%, de préférence 0,3%. Comme on l'a dit, l'un des objets de la présente invention est de permettre de se passer d'un ajout

volontaire de cet élément. Il est néanmoins toujours présent à l'état résiduel dans les matières premières utilisées pour élaborer l'acier, notamment dans les ferrailles. La teneur de 0,3% correspond à la teneur maximale la plus généralement rencontrée lorsqu'aucun ajout volontaire de nickel n'est effectué en cours d'élaboration.

5           La teneur en B est inférieure à 0,005%. Le bore est un élément optionnel. Il peut être utilisé pour ajuster optimalement la trempabilité de la nuance si les teneurs en Mn, Cr et Mo ne sont pas tout à fait suffisantes à cet effet. Mais pour que cet élément d'alliage agisse effectivement sur la trempabilité, il doit être maintenu en solution solide. Pour cela, la précipitation de nitrures ou d'oxydes de bore doit être évitée. Ce résultat peut être  
10 obtenu en ajoutant un élément d'alliage à plus forte affinité avec l'azote, par exemple du titane, et en contrôlant le procédé d'élaboration pour limiter la dissolution d'azote et d'oxygène dans l'acier.

          La teneur en Ti est inférieure à 0.1% et préférablement inférieure à 0,04%. Le titane est optionnellement ajouté pour permettre au bore d'être maintenu en solution  
15 solide par précipitation de nitrures de titane qui diminuent la quantité d'azote qui serait susceptible de se combiner au bore. Sa teneur doit optimalement être choisie en fonction de la quantité d'azote de la nuance. Pour être totalement efficace, une quantité stœchiométrique de titane doit être ajoutée pour assurer une précipitation de la totalité de l'azote contenu dans l'acier sous forme de TiN, et ainsi maintenir le bore en solution  
20 solide. Ceci est vérifié si le rapport Ti/N est supérieur à 3,4. En cas d'ajout sous-stœchiométrique de titane, l'effet du bore sur la trempabilité peut quand même s'exprimer mais est moins marqué. Au-delà de la limite prescrite, il y a un risque de formation de TiN trop grossiers lors de la solidification, et de plus l'addition de Ti devient excessivement onéreuse.

25           La teneur en N est inférieure à 0.02%, de préférence inférieure à 0,01%. Dans le cas d'une élaboration avec ajout de bore et de titane, il est nécessaire de contrôler la teneur en azote de l'acier pour limiter le risque de formation de nitrures de titane TiN grossiers, qui peuvent détériorer les propriétés d'emploi du produit. Dans le cas d'un ajout de bore (de 5 à 50 ppm), une teneur en azote inférieure à 0,01 % est donc recommandée.  
30 Si le bore n'est pas utilisé ( $B < 5\text{ppm}$ ), il n'est pas absolument indispensable de contrôler strictement la teneur en azote qui peut alors aller jusqu'à 0,02% sans effet néfaste sur les propriétés de l'acier élaboré.

          La teneur en Al doit être au maximum de 0,1% : L'aluminium est un élément optionnel. Il peut être utilisé comme désoxydant de l'acier en remplacement du silicium, et  
35 pour optimiser la tenue du grain austénitique lors de la cémentation.

La teneur en V est au maximum de 0,3%. Le vanadium est un élément optionnel. Il peut être utilisé comme élément de micro-alliage pour un meilleur contrôle de la taille de grain lors de la cémentation, apportant une amélioration supplémentaire de la résilience.

La teneur en P est au maximum de 0.025%. Cette limite est recommandée pour ne pas risquer de fragiliser l'acier. A une teneur trop importante, cet élément a, en effet, tendance à ségréger aux joints de grain austénitiques, ce qui peut conduire à une augmentation de la température de transition ductile-fragile et à une baisse de la résilience à température ambiante.

La teneur en Cu est au maximum de 1%, de préférence au maximum de 0.6%. Une teneur maximale de 1% est recommandée car il s'agit d'un élément onéreux qui n'apporte aucun bénéfice de trempabilité ou de résilience. La valeur maximale préférée de 0.6% est une teneur usuellement reconnue comme étant celle en dessous de laquelle le cuivre n'a pas d'effet notable sur les propriétés mécaniques de l'acier. Néanmoins sont utilisations à une teneur plus élevée est envisageable sans modifier l'aptitude de la nuance à être utilisée pour la fabrication de trépan de forage.

Les effets négatifs du cuivre à des teneurs plus élevées sont en particulier le risque d'apparition de défauts de surface lors du laminage (faïençage). Des additions de Ni et/ou Si peuvent permettre d'y remédier, mais l'invention exigeant des teneurs relativement basses en ces éléments, on ne peut pas beaucoup compter sur eux pour limiter les effets néfastes du cuivre, d'où les limites de 1%, mieux 0,6%, pour la teneur en cuivre des aciers de l'invention.

La teneur en S n'est pas strictement imposée dans la définition de l'acier selon l'invention la plus générale, mais elle doit être contrôlée en fonction de l'application envisagée. Une basse teneur sera recherchée si l'on souhaite améliorer la propreté inclusionnaire en ne formant pas de sulfures (typiquement < 0.01%) et une teneur plus élevée pourra être choisie (typiquement de 0.03% à 0,1%) si un gain en usinabilité est recherché et sous réserves que la propreté inclusionnaire demeure conforme aux exigences requises par l'application envisagée pour l'acier.

La teneur en O est le plus souvent au maximum de 0.003% (30 ppm), de manière à optimiser la propreté inclusionnaire. Cette limite peut éventuellement être dépassée si l'application future de l'acier ne nécessite pas une très bonne propreté inclusionnaire, et en tout cas une teneur en O déterminée ne constitue pas une propriété intrinsèque de l'acier selon l'invention.

Le contrôle de la teneur en oxygène est assuré par des systèmes d'inertage lors de la coulée et par un contrôle de la teneur en éléments désoxydants tels que Si et Al.

Lorsque ces éléments désoxydants sont présents à de faibles teneurs, on peut néanmoins assurer une faible teneur en oxygène dans le métal liquide :

- soit en agitant le métal liquide de façon à le placer en équilibre chimique avec le laitier, dont on maîtrise la composition de sorte que cette équilibre chimique conduise à l'établissement d'une faible teneur en oxygène dissous dans le métal liquide, et en évitant ensuite les réoxydations du métal liquide jusqu'à la coulée par une protection efficace contre l'oxygène atmosphérique, par exemple l'inertage de la surface du métal par de l'argon, et le confinement des jets de coulée dans des tubes en réfractaire eux-mêmes remplis d'argon ;
- soit en conduisant l'élaboration du métal liquide au moins en partie sous pression réduite, de sorte que la teneur en oxygène dissous soit limitée par le carbone présent dans l'acier liquide, ce qui entraîne le départ de l'oxygène dissous excédentaire sous forme de CO ; ensuite, comme dans le cas précédent, la basse teneur en oxygène dissous doit être conservée jusqu'à la coulée par une protection efficace de l'acier liquide contre les réoxydations atmosphériques.

Pour les autres éléments, ils peuvent être présents à l'état de simples impuretés résultant de l'élaboration.

Dans le cas d'un procédé de cémentation atmosphérique visant à obtenir une teneur en carbone superficielle typiquement de 0,5 à 0,8%, la succession d'étapes peut être la suivante :

- chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement ; une vitesse de l'ordre de 10°C/min pour ce chauffage est conseillée pour procurer un bon contrôle de l'évolution de la taille des grains ;
- palier d'enrichissement à une température inférieure de 900 à 980°C et à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2, pendant une durée de 3 à 20 h ; ces conditions peuvent varier en fonction de la composition exacte de l'acier traité, et surtout de la profondeur de cémentation visée ; typiquement pour une température de 960°C un traitement de 3 à 6h permet de cémenter la pièce sur une profondeur de 1 à 1,5 mm ;
- diffusion à une température de 820 à 880°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 4 h, typiquement de l'ordre de 2h ; les critères de choix de la température de diffusion sont principalement, et classiquement pour l'homme du métier, liés à la situation des points de transformation de phase de la nuance traitée, et au fait que cette température ne doit pas être trop élevée pour minimiser les déformations de la pièce lors de la trempe qui suit ;
- trempe à l'huile à une température inférieure ou égale à 160°C ;

- revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée classiquement de l'ordre de 2h, en tout cas comprise entre 1 et 4h.

Ce type de cémentation n'est qu'un exemple, et d'autres procédés peuvent être utilisés. En particulier, on peut avoir recours à une cémentation basse pression pour éviter  
5 d'éventuels problèmes d'oxydation superficielle et/ou intergranulaire lors du traitement, et aussi pour accéder à des profondeurs de cémentation plus importantes que les 1 à 2 mm habituellement accessibles par une cémentation atmosphérique et/ou réduire la durée de cémentation grâce à la température élevée à laquelle la cémentation basse pression est pratiquée.

10 Dans le cas d'un procédé de cémentation basse pression conduite à une pression de quelques millibars (de 5 à 20 mbars), la succession d'étapes peut être la suivante, pour viser une teneur en C superficielle typiquement de 0,5 à 0,8% :

- chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement ; une vitesse de l'ordre de 10°C/min pour ce chauffage est conseillée pour procurer un bon contrôle de  
15 l'évolution de la taille des grains ;

- palier d'enrichissement à une température de 900 à 980°C et à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2, pendant une durée de 3 à 20 h ; ces conditions peuvent varier en fonction de la composition exacte de l'acier traité, et surtout de la profondeur de cémentation visée ; typiquement pour une température de 960°C un traitement de 3 à 6h  
20 permet de cémenter la pièce sur une profondeur de 1 à 1,5 mm en évitant les problèmes d'oxydation de surface qui peuvent être rencontrés lors d'une cémentation atmosphérique.

- diffusion à une température de 890-950°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 4 h, typiquement de l'ordre de 2h ; les critères de choix de la température de diffusion sont principalement, et classiquement  
25 pour l'homme du métier, liés à la situation des points de transformation de phase de la nuance traitée, et au fait que cette température ne doit pas être trop élevée pour minimiser les déformations de la pièce lors de la trempe qui suit ;

- trempe, par exemple à l'huile ou au gaz (pression de trempe comprise entre 3 et 10 bars), à une température inférieure ou égale à 160°C ;

30 - revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée classiquement de l'ordre de 2h, en tout cas comprise entre 1 et 4h.

Bien entendu, les propriétés mécaniques obtenues sur le produit final dépendent non seulement de la composition de l'acier, mais aussi des traitements thermiques et thermomécaniques qu'il subit jusqu'à l'obtention du produit. On peut cependant remarquer  
35 que dans le cas où le produit final doit être cémenté, les conditions de sa mise en forme à chaud par forgeage, laminage ou autre, n'ont que peu d'importance. En effet, la

cémentation est accompagnée par une opération de trempe et revenu qui confère au produit une nouvelle structure et efface les conséquences de la mise en forme à chaud. C'est alors ce traitement qui confère au produit l'essentiel de ses propriétés mécaniques, s'il n'est lui-même suivi par aucun autre traitement qui pourrait les modifier.

5 On va à présent décrire les résultats d'essais effectués sur des aciers selon l'invention et des aciers de référence. Tous les résultats présentés ont été obtenus sur des coulées de laboratoire forgées à 1200 °C en barres de section carrée de 40 mm de côté.

10 Avant forgeage, l'acier se présente sous forme de lingotins de section carrée 100x100 mm et de 200 mm de hauteur. Après forgeage, les barres de section 40x40 mm sont refroidies à l'air calme puis normalisées pendant 2h à une température de 875, 900 ou 925 °C, choisie en fonction du point de transformation Ac3 de la nuance. Cette normalisation est destinée à homogénéiser la teneur en carbone et la microstructure initiale dans tout le produit.

15 La composition des différentes nuances testées est donnée au Tableau 1. Les coulées n°1 à 4 sont celles dont la composition est conforme à la présente invention. Les coulées n° 5 à 10 sont celles dont au moins un des éléments d'alliage est en dehors des intervalles revendiqués. Toutes les concentrations sont données en % pondéraux, sauf l'azote, l'oxygène et le bore qui sont donnés en ppm pondéraux. Le tableau indique  
20 également la température du point de transformation Ac3 (en °C) de chacune des nuances.

	Ech	C %	Si %	Mn %	Ni %	Cr %	Mo %	S %	P %	O pp m	Al %	N pp m	Cu %	B pp m	Ti %	V %	Ac3 °C
Inv.	1	0,1 07	0,2 74	1,4 84	0,0 67	2,1 07	0,4 43	0.0 08	0.0 09	7	0,0 22	115	0,0 7	3	0,0 09	0,0 1	857
Inv.	2	0,1 37	0,2 39	1,5 36	0,0 72	2,0 58	0,4 01	0.0 08	0.0 08	21	0,0 02	120	0,0 8	3	0,0 06	0,0 1	845
Inv.	3	0,1 14	0,2 35	0,8 93	0,0 59	1,4 28	0,4 06	0.0 05	0.0 07	10	0,0 30	67	0,0 6	31	0,0 23	0,0 1	874
Inv.	4	0,1 46	0,2 43	1,0 17	0,0 56	1,5 19	0,3 76	0.0 06	0.0 07	13	0,0 18	78	0,0 5	29	0,0 19	0,2 1	861
Ref.	5	0,1 60	0.0 40	1,2 40	0,1 80	1,3 80	0,0 90	0.0 31	0.0 8	18	0,0 20	148	0,2 1	1	0,0 02	0,0 0	826
Ref.	6	0,0 70	0.3 80	1,2 50	0,2 60	0,9 40	0,0 80	0.0 04	0.0 12	12	0,0 30	100	0,2 1	36	0,0 22	0,0 1	881

Ref.	7	0,1 30	0,2 60	1,3 50	0,0 50	1,6 60	0,1 00	0,0 08	0,0 08	9	0,0 20	175	0,0 5	25	0,0 06	0,0 1	848
Ref.	8	0,1 20	0,9 30	1,4 70	0,0 50	1,4 40	0,2 10	0,0 07	0,0 08	10	0,0 20	141	0,0 4	2	0,0 05	0,0 1	882
Ref.	9	0,1 20	0,2 50	1,1 10	0,0 60	1,9 20	0,1 60	0,0 06	0,0 08	14	0,0 20	155	0,0 6	10	0,0 06	0,0 1	851
Ref.	10	0,1 30	0,8 80	0,5 30	0,0 50	1,5 10	0,8 60	0,0 08	0,0 07	12	0,0 20	143	0,0 4	4	0,0 06	0,0 1	916

Tableau 1 : compositions et températures Ac3 des échantillons testés

5 Du fait de la présence significative d'Al à des teneurs assez comparables, les teneurs en O des différents échantillons sont toutes comprises entre 7 et 21 ppm et n'influent pas sensiblement sur les propriétés obtenues.

La trempabilité des différents échantillons a été évaluée au moyen d'essais Jominy. La température d'austénitisation a été choisie, en fonction du point de transformation de l'acier considéré, parmi les températures 875, 900 et 925 °C.

10 Pour évaluer les caractéristiques mécaniques, des pièces de section carrée de 20 mm de côté ont été prélevées dans chacune des barres forgées puis traitées par le cycle thermique suivant :

- chauffage jusqu'à la température d'austénitisation ;
- austénitisation à 930 °C pendant 30 minutes ;
- 15 - trempe à l'huile à 30 °C ;
- revenu à 190 °C pendant 2h ;
- refroidissement à l'air.

Ce cycle de traitement thermique permet d'estimer la résilience attendue à cœur des pièces traitées par cémentation.

20 Des éprouvettes de traction et de résilience (type Charpy avec entaille en V) ont ensuite été usinées dans les pièces ainsi traitées. Le Tableau 2 présente les résultats obtenus et on va les comparer aux propriétés requises pour la production de trépan. Les données soulignées indiquent les résultats qui ne sont pas conformes au critère  $J_1 > 40$ , ou au critère de trempabilité  $\beta < 3,5$  HRC, ou dont les caractéristiques d'élasticité, de  
25 traction et de résilience sont insuffisantes.

	Ech	T Jominy (°C)	J <sub>1</sub>	β	Re (MPa)	Rm (MPa)	Kv 20°C (J)
Inv.	1	875	40,9	1,9	995	1280	121
Inv.	2	875	43,5	2,9	967	1291	108
Inv.	3	900	40,2	3	907	1204	160
Inv.	4	900	43,6	2	949	1212	89
Ref.	5	875	44,4	<u>10,1</u>	1016	1319	<u>46</u>
Ref.	6	900	<u>35,4</u>	<u>10,7</u>	<u>746</u>	<u>850</u>	-
Ref.	7	875	41	<u>10,1</u>	<u>821</u>	<u>1106</u>	123
Ref.	8	925	43	<u>7,3</u>	982	1298	<u>72</u>
Ref.	9	875	41,1	<u>9,2</u>	<u>887</u>	<u>1184</u>	109
Ref.	10	925	41,2	<u>10,4</u>	<u>820</u>	<u>1114</u>	142

Tableau 2 : propriétés mécaniques des échantillons testés

On note que toutes les nuances dont la composition est conforme à la présente invention sont caractérisées par des caractéristiques mécaniques supérieures aux minima requis pour la production de trépan, soit Re supérieure à 900 MPa, Rm supérieure à 1200 MPa, Kv à 20°C supérieure à 75 J, et par une trempabilité satisfaisant les critères  $\beta < 3,5$  HRC et  $J_1 > 40$  HRC. Inversement, toutes les nuances dont la composition est hors de la présente invention ont une trempabilité insuffisante et/ou des caractéristiques mécaniques trop faibles. C'est, en particulier, le cas de l'échantillon 6 pour lequel les caractéristiques mécaniques Re et Rm sont de toute façon franchement trop faibles pour que l'acier soit utilisable pour fabriquer des trépan, et pour lequel il n'a pas été jugé utile de mesurer la résilience.

On a également testé l'aptitude à la cémentation des aciers selon l'invention. Des essais de cémentation ont été réalisés dans les conditions suivantes.

Ces essais ont été menés sur des cylindres de diamètre 25 mm et de longueur 120 mm placés dans des charges industrielles de l'ordre de 150 à 200 kg. Après cémentation, les cylindres cémentés sont caractérisés de la manière suivante :

- détermination, selon la norme NF EN ISO 2639, de la profondeur conventionnelle de cémentation à 550 HV et de la dureté superficielle par des essais de microdureté sous une charge de 0,1 Kg (dite « profondeur à 550 HV<sub>0,1</sub> ») ;

- détermination de la taille de grain austénitique en couche et à cœur après attaque Béchet-Beaujard ; cette évaluation a été réalisée conformément à la norme NF EN ISO 643 ;

- dosage, par diffractométrie des rayons X, de la teneur en austénite résiduelle à 20 µm sous la surface des pièces.

Les essais de cémentation ont été effectués sur les nuances n°1 et n°3 placées dans une charge de cémentation industrielle et traitées à pression atmosphérique dans

5 les conditions suivantes :

- chauffage à 9°C/min jusqu'à 950°C ;

- maintien isotherme à 950°C pendant 5h avec un potentiel carbone (dit « potentiel carbone d'enrichissement ») de 1.2% ; on rappelle qu'une atmosphère de cémentation gazeuse est caractérisée par son potentiel carbone qui est la teneur en

10

carbone d'un échantillon de l'acier en équilibre à l'état austénitique avec l'atmosphère de cémentation, à la température et à la pression d'utilisation ;

- refroidissement à 870°C et maintien à cette température pendant 2h avec un potentiel carbone (dit « potentiel carbone de diffusion ») compris entre 0.6 et 0.7% ;

- trempe à l'huile à 30°C ;

15

- revenu à 190°C pendant 2h.

Ces conditions sont celles d'un cycle de cémentation standard utilisé pour traiter les nuances 13NiCrMo13 actuellement utilisées pour la fabrication de cônes de forage.

Un cylindre en 13NiCrMo13 a donc été placé dans la charge de cémentation pour servir de référence et déterminer les caractéristiques de référence que doivent

20

atteindre, pour le format d'échantillon considéré, les nuances élaborées conformément à la présente invention. La composition de la coulée utilisée comme référence est donnée au Tableau 3.

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	O	Al	N	Cu
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(ppm)	(%)	(ppm)	(%)
0,13	0,23	0,70	3,24	1,44	0,11	0.005	0.01	11	0,028	78	0,19

25

Tableau 3 : composition de l'échantillon de référence en acier 13NiCrMo13

Le potentiel carbone dans la phase de diffusion (potentiel carbone diff.) a été adapté à la nuance traitée de manière à maîtriser la teneur superficielle en austénite résiduelle.

30

Les résultats de caractérisation de la nuance de référence sont donnés au Tableau 4. Ceux des deux nuances élaborées conformément à la présente invention sont donnés au Tableau 5. On note que les caractéristiques des nuances conformes à la présente invention sont identiques ou quasiment identiques à celles de la nuance de

référence, et respectent donc en tous points les minimas requis pour la fabrication de trépan de forage à savoir :

- profondeur de cémentation comprise entre 1 et 1.5 mm ;
- dureté superficielle supérieure à 670 HV ;
- 5 - teneur en austénite résiduelle inférieure à 40 %;
- indice de grain ASTM supérieur à 5

	Taille de grain	Austénite résiduelle (%)	Profondeur à 550 HV <sub>0,1</sub> (mm)	Dureté superficielle (HV <sub>0,1</sub> )	Potentiel Carbone enrichi (%)	Potentiel Carbone de diffusion (%)
13NiCrMo13 (référence)	ASTM 6/7	36 ± 1,5	1,4	680	1.2	0.7

Tableau 4 : résultats des essais de cémentation (Référence)

10

	Taille de grain	Austénite résiduelle (%)	Profondeur à 550 Hv <sub>0,1</sub> (mm)	Dureté superficielle (HV <sub>0,1</sub> )	Potentiel Carbone enrichi (%)	Potentiel Carbone de diffusion (%)
Ech.1 (Invention)	ASTM 6/8	39 ± 3	1.35	750	1.2	0.6
Ech.3 (Invention)	ASTM 6/7	36 ± 1,5	1,4	700	1.2	0.7

Tableau 5 : résultats des essais de cémentation (Invention)

REVENDICATIONS

1.- Acier pour la fabrication de pièces cémentées, caractérisé en ce que sa composition, en pourcentages pondéraux est :

- 5 - 0,1%  $\leq$  C  $\leq$  0,15% ;
- 0,8%  $\leq$  Mn  $\leq$  2% ;
- 1%  $\leq$  Cr  $\leq$  2,5% ;
- 0,2%  $\leq$  Mo  $\leq$  0,6% ;
- traces  $\leq$  Si  $\leq$  0,35% ;
- traces  $\leq$  Ni  $\leq$  0,7% ;
- 10 - traces  $\leq$  B  $\leq$  0,005% ;
- traces  $\leq$  Ti  $\leq$  0,1% ;
- traces  $\leq$  N  $\leq$  0,01% si 0.0005 %  $\leq$  B  $\leq$  0,005%, et traces  $\leq$  N  $\leq$  0.02 % si traces  $\leq$  B  $\leq$  0.0005 % ;
- traces  $\leq$  Al  $\leq$  0,1% ;
- 15 - traces  $\leq$  V  $\leq$  0,3% ;
- traces  $\leq$  P  $\leq$  0,025% ;
- traces  $\leq$  Cu  $\leq$  1%, de préférence  $\leq$  0.6 % ;
- traces  $\leq$  S  $\leq$  0,1%

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

20 2.- Acier selon la revendication 1, caractérisé en ce que sa teneur en O est inférieure ou égale à 30 ppm.

3.- Pièce cémentée en acier, caractérisée en ce qu'elle est en un acier ayant la composition selon la revendication 1 ou 2, et en ce qu'elle a subi une cémentation.

25 4.- Pièce cémentée selon la revendication 3, caractérisée en ce qu'il s'agit d'un trépan de forage.

5.- Procédé de fabrication d'une pièce cémentée, caractérisé en ce que :

- on prépare une ébauche de ladite pièce en un acier selon la revendication 1, et on la met en forme par forgeage ;
- et on pratique une cémentation sur ladite ébauche.

30 6.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la cémentation est effectuée à pression atmosphérique, et en ce que la succession d'étapes de la cémentation est la suivante:

- chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement.
- palier d'enrichissement à une température de 900 à 980 °C pendant 3 à 20 h et
- 35 à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2% ;

- diffusion à une température de 820 à 880°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 3 h ;

- trempe à l'huile à une température inférieure ou égale à 160°C

5 - revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée comprise entre 1 et 4h.

7.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la cémentation est effectuée à basse pression, en ce que ladite pression est de 5 à 20 mbar, et en ce que la succession d'étapes de la cémentation est la suivante :

- chauffage jusqu'à la température du palier d'enrichissement.

10 - palier d'enrichissement à une température de 900 à 980°C pendant 3 à 20 h et à un potentiel carbone compris entre 0.8 et 1.2% ;

- diffusion à une température de 890 à 950°C à un potentiel carbone compris entre 0.6 et 0.8%, avec un temps de traitement de 1 à 4 h ;

- trempe à une température inférieure ou égale à 160°C

15 - revenu à une température comprise entre 150 et 250°C et pendant une durée comprise entre 1 et 4h.