



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **94870013.3**

⑤① Int. Cl.⁵ : **C21D 8/12**

㉔ Date de dépôt : **27.01.94**

③① Priorité : **29.01.93 BE 9300093**

④③ Date de publication de la demande :
03.08.94 Bulletin 94/31

⑧④ Etats contractants désignés :
BE DE FR GB LU NL

⑦① Demandeur : **CENTRE DE RECHERCHES
METALLURGIQUES CENTRUM VOOR
RESEARCH IN DE METALLURGIE Association
sans but lucratif
Vereniging zonder winstoogmerk
Rue Montoyer, 47
B-1040 Bruxelles (BE)**

⑦② Inventeur : **Messien, Pierre
39, rue des Hayettes
B-4130 Esneux (BE)
Inventeur : Herman, Jean-Claude
98, rue des Brasseurs
B-4670 Blegny (BE)**

⑦④ Mandataire : **Lacasse, Lucien Emile et al
CENTRE DE RECHERCHES
METALLURGIQUES
Abbaye du Val-Benoît
11, rue Ernest Solvay
B-4000 Liège (BE)**

⑤④ **Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud présentant des propriétés magnétiques.**

⑤⑦ On réchauffe une brame d'acier jusqu'à une température inférieure ou égale à 1100°C, on soumet cette brame à une opération de laminage de dégrossissage dans le domaine austénitique jusqu'à une épaisseur intermédiaire comprise entre 8 mm et 40 mm, et on refroidit cette brame jusqu'à une température inférieure à Ac₃ pour opérer la transformation de phase de l'austénite en ferrite. On soumet ensuite la brame à une opération de laminage de finition dans le domaine ferritique au moyen de cylindres de laminage à chaud lubrifiés par un lubrifiant résistant à haute température, pour former une tôle à chaud ayant une épaisseur comprise entre 0,4 mm et 10 mm, on bobine cette tôle à chaud à une température inférieure à 850°C, et on refroidit ensuite la bobine jusqu'à la température ambiante.

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud, présentant des propriétés magnétiques élevées, en particulier des pertes en watts très faibles.

On sait que les pertes en watts, ou pertes magnétiques, d'un acier sont constituées par l'énergie dissipée sous forme de chaleur dans l'acier lorsque celui-ci est soumis à un champ magnétique variable. Ces pertes se produisent dans les machines électriques telles que les moteurs et les transformateurs, où le champ magnétique varie de façon cyclique alternée. Les pertes en watts se décomposent en pertes par hystérésis, qui sont proportionnelles à l'aire de la courbe d'hystérésis, et en pertes par courants de Foucault, qui sont proportionnelles au carré de l'induction.

Les propriétés magnétiques d'un acier dépendent de ses caractéristiques tant chimiques que physiques. La composition chimique exerce en effet une influence sensible sur la perméabilité magnétique et le champ coercitif. L'effet des éléments d'alliage est bien connu dans la technique. A titre d'information, on rappellera brièvement ici l'action des éléments d'alliage le plus couramment rencontrés dans les aciers pour tôles magnétiques. Le carbone a un effet prépondérant, qui est particulièrement marqué pour des teneurs inférieures à 0,006 %; il diminue la perméabilité magnétique et il augmente le champ coercitif, et donc les pertes en watts. Le carbone est d'ailleurs néfaste non seulement sous la forme d'atomes interstitiels, mais aussi sous la forme de carbures de fer de taille réduite et finement dispersés. L'azote joue sensiblement le même rôle que le carbone, aussi bien s'il se trouve en solution que s'il est présent sous la forme de fins précipités. Les éléments présents en solution solide ont des effets variés. Le phosphore augmente les pertes magnétiques; son action est très marquée pour des teneurs inférieures à 0,02 %. A des teneurs comprises entre 0,5 % et 5 %, le silicium diminue les pertes magnétiques grâce à sa double action de diminution des pertes par hystérésis et par courants de Foucault en augmentant la résistivité de l'acier. Globalement, le manganèse diminue les pertes magnétiques totales en diminuant les pertes par courants de Foucault par une augmentation de la résistivité, malgré une augmentation des pertes par hystérésis. Sous sa forme fréquente de sulfure MnS, le soufre augmente les pertes magnétiques; en revanche, s'il se trouve en solution, le soufre contribue à réduire les pertes par courants de Foucault. L'aluminium, présent partiellement sous forme d'oxyde (Al_2O_3) ou de nitrure (AlN), a le même effet que le soufre. Le chrome diminue les pertes magnétiques totales, pour autant qu'il ne forme pas de carbures.

Les propriétés magnétiques dépendent également, dans une large mesure, des hétérogénéités présentes dans l'acier. La présence d'inclusions ou de précipités, ainsi qu'un grain plus fin, ont pour effet d'augmenter les pertes en watts et le champ coercitif et de diminuer la perméabilité magnétique relative. On sait en particulier que la taille de grain optimale est d'environ 100 μm , parce que les pertes par hystérésis augmentent et que les pertes par courants de Foucault diminuent lorsque la taille des grains décroît. De même, les contraintes internes, les frontières cristallines et l'orientation cristalline des grains jouent un rôle important, en raison de l'anisotropie des phénomènes. A cet égard, la texture cristalline (100) de l'acier est la mieux appropriée pour minimiser les pertes en watts.

Dans les conditions actuelles, un acier placé dans un environnement magnétique doit présenter des propriétés adaptées à chaque application particulière.

Pour assurer un effet de blindage, on utilise de préférence un acier ayant une perméabilité magnétique élevée. Par contre, dans une machine tournante, on cherchera à minimiser les pertes en watts totales, de façon à réduire la puissance installée.

Pour atteindre ces objectifs, on utilise actuellement des aciers présentant des propriétés magnétiques adaptées à chaque type d'application, en faisant varier la composition chimique de l'acier, en modifiant sa texture cristalline et en recherchant une taille de grains élevée.

La présente invention a pour objet de proposer un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud présentant des propriétés magnétiques dont non seulement les valeurs mais aussi l'homogénéité sont nettement améliorées par rapport aux aciers magnétiques de la technique antérieure.

Conformément à la présente invention, un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud, présentant des propriétés magnétiques élevées, qui comprend une opération de laminage de finition dans le domaine ferritique, est caractérisé en ce que l'on réchauffe une brique d'acier jusqu'à une température inférieure ou égale à 1100°C, en ce que l'on soumet cette brique à une opération de laminage de dégrossissage dans le domaine austénitique jusqu'à une épaisseur intermédiaire, en ce que l'on refroidit ladite brique jusqu'à une température inférieure à A_{c3} pour opérer la transformation de phase de l'austénite en ferrite, en ce que l'on soumet ladite brique à une opération de laminage de finition dans le domaine ferritique au moyen de cylindres de laminage à chaud lubrifiés par un lubrifiant résistant à haute température, pour former une tôle à chaud ayant une épaisseur comprise entre 0,4 mm et 10 mm, en ce que l'on bobine cette tôle à chaud à une température inférieure à 850°C, et en ce qu'on refroidit ensuite ladite bobine jusqu'à la température ambiante.

Pour la mise en oeuvre de ce procédé, on utilise généralement une brique d'acier coulée en continu.

Après la coulée de la brique, on peut appliquer les techniques récentes dites de l'enfournement chaud ou

du laminage direct. Il s'est cependant avéré préférable d'enfourner la brame à basse température dans le four de réchauffage, en vue de minimiser la dispersion des précipités.

La température de réchauffage limitée à 1100°C permet de limiter la remise en solution des nitrures AlN dans les aciers calmés à l'aluminium, la dissolution du sulfure MnS dans les aciers à basse teneur en manganèse ainsi que sa reprécipitation sous forme fine et dispersée, qui serait pénalisante pour l'objet de l'invention.

Le laminage de dégrossissage dans le domaine austénitique a pour effet de donner au produit une épaisseur intermédiaire, qui dépend notamment de l'épaisseur de la brame initiale et de l'épaisseur de la tôle finale. Pour la gamme précitée des épaisseurs de tôle, l'épaisseur intermédiaire peut être comprise entre 8 mm et 40 mm.

La transformation de phase de l'austénite en ferrite s'opère pendant le transfert du produit depuis le train de laminage de dégrossissage jusqu'au train de laminage de finition. En général, cette transformation s'opère complètement pour les aciers à ultra-basse teneur en carbone, sans qu'il soit nécessaire d'appliquer un refroidissement supplémentaire. Dans certains cas, elle peut ne pas être complète, en particulier dans des aciers dont la teneur en carbone est plus élevée; on peut alors accélérer le refroidissement du produit par tout moyen approprié, afin d'achever la transformation de phase avant l'entrée du produit au train de laminage à chaud de finition.

Le laminage à chaud de finition doit être réalisé pour l'essentiel dans le domaine ferritique. L'intervalle de température optimal est compris entre A_{c3} et 650°C et de préférence entre 850°C et 750°C. Le taux de réduction est au moins égal à 90 %

L'intervalle des températures de laminage dans le domaine ferritique ainsi que les écrouissages réalisés dans les passes de laminage successives sont choisis de manière optimale pour que se développent, dans la tôle bobinée, d'une part une microstructure à gros grains ferritiques dont la taille est de préférence comprise entre 50 μm et 120 μm et d'autre part une texture cristalline (100) majoritaire.

On a cependant constaté que l'optimisation des conditions du laminage à chaud dans le domaine ferritique n'était pas suffisante pour obtenir une tôle à chaud présentant une taille de grains et une texture cristalline homogènes suivant l'épaisseur. On a en effet observé que l'écrouissage de l'acier dans le domaine ferritique provoquait une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristalline suivant l'épaisseur de la tôle laminée, suivant un mécanisme qui n'est pas établi avec certitude. Il semble bien qu'au contact des cylindres, les surfaces du produit laminé dans le domaine ferritique soient déformées essentiellement par cisaillement, et que ce cisaillement soit d'autant plus important que la friction au contact avec les cylindres est plus élevée. L'importance de ce cisaillement des surfaces laminées augmente lorsque croît l'écrouissage dans la ferrite; les hétérogénéités de la microstructure et de la texture cristalline qui en résultent ont alors tendance à envahir le coeur du produit laminé. Le cisaillement augmente également lorsque la température de laminage dans le domaine ferritique diminue. Sous l'effet de ce cisaillement, il apparaît dans la surface et immédiatement sous la surface une concentration de déformations, qui induit une recristallisation dynamique dans les régions considérées. Il en résulte, dans la zone superficielle de la tôle, une stabilisation d'une couche de grains très fins, très différents par leur taille des grains produits au coeur de la tôle, qui est déformé essentiellement par compression. Le cisaillement exerce un second effet, à savoir la production en surface d'une texture (110) de cisaillement. Cette texture est moins favorable, en ce qui concerne les propriétés magnétiques, que la texture (100) du coeur déformé en compression.

Le laminage dans le domaine ferritique avec des cylindres de laminage lubrifiés, préconisé par l'invention, permet de réduire très nettement le cisaillement des surfaces de la tôle au contact des cylindres. De ce fait, la recristallisation dynamique sous la surface de la tôle laminée est largement évitée et la texture (110) ne se crée plus dans cette zone. Les conditions d'application de l'agent lubrifiant ainsi que les quantités utilisées peuvent être optimisées en fonction de la température du produit, pour supprimer le cisaillement précité et ses conséquences, et ainsi produire une tôle présentant une microstructure et une texture cristalline homogènes sur l'épaisseur.

De préférence, on lamine la tôle dans le domaine ferritique jusqu'à une épaisseur comprise entre 0,4 mm et 1,5 mm.

La température de bobinage de la tôle laminée à chaud est avantageusement comprise entre 800°C et 600°C, et de préférence encore entre 750°C et 700°C. Le bobinage dans cette gamme de température permet, après la recristallisation de la ferrite déformée, de réaliser la croissance des grains de ferrite jusqu'à une taille optimale. Ce bobinage permet encore d'assurer la précipitation des carbures et des nitrures - pour les fractions éventuellement remises en solution - sous une forme grossière, qui n'est pas pénalisante pour les propriétés magnétiques de la tôle. Le bobinage est avantageusement effectué immédiatement après le laminage de finition, pour éviter le risque de déformations incontrôlées de la tôle, en particulier pour les tôles de très faible épaisseur.

Suivant une variante intéressante du procédé de l'invention, on peut bobiner la tôle à chaud à des températures qui peuvent être nettement moins élevées, c'est-à-dire comprises entre 650°C et 20°C, pour produire un acier non recristallisé. Celui-ci est ensuite, sans écrouissage intermédiaire, recuit à une température élevée dans le domaine ferritique, c'est-à-dire entre 600°C et 800°C, et de préférence entre 700°C et 750°C, puis la tôle est refroidie jusqu'à la température ambiante. On peut ainsi développer la microstructure optimale pour les propriétés magnétiques.

Dans le cadre de cette variante, le recuit précité de la tôle peut être réalisé soit en continu, en y associant éventuellement un décapage des tôles par l'hydrogène, soit en bobines.

Suivant une autre variante du procédé de l'invention, la tôle laminée à chaud, qui se trouve en bobine à l'état recristallisé ou écroui, peut être soumise à un écrouissage limité, dont le taux est compris entre 1 % et 35 % et de préférence entre 5 % et 20 %, puis à un recuit final suivant le processus décrit dans la variante précédente.

Le procédé de l'invention s'applique de préférence à des aciers du type ELC, c'est-à-dire avec une teneur en carbone inférieure à 0,03 %, et de type ULC, c'est-à-dire avec une teneur en carbone inférieure à 0,005 %. Des teneurs en carbone aussi basses sont généralement obtenues par une opération de décarburation sous vide à l'aciérie.

Comme on l'a indiqué plus haut, il est essentiel que les aciers présentent le moins possible de sources d'hétérogénéité, comme des inclusions ou des précipités. A cet effet, il est préférable que leur composition chimique respecte les conditions suivantes, en poids :

Carbone :	< 0,03 %, de préférence < 0,005 %
Azote :	< 0,004 %, de préférence < 0,002 %
Soufre :	< 0,010 %, de préférence < 0,003 %
Phosphore :	< 0,010 %
Manganèse :	< 0,2 %
Silicium :	< 0,5 %, de préférence < 0,3 %
Aluminium total :	< 0,05 %, de préférence < 0,003 %
Fer :	< reste.

Ces teneurs sont aussi basses que possible; elles peuvent être nulles, à l'exception de la teneur en silicium.

L'amélioration des propriétés magnétiques de tôles d'acier laminées à chaud obtenues par le procédé de l'invention est illustrée par des exemples comparatifs rassemblés dans le tableau 1.

Ces exemples correspondent aux conditions suivantes, reprises dans les diverses colonnes du tableau :

Colonne 1 :	type d'acier : ELC - ULC
2 :	épaisseur de la tôle, en mm
3 :	obtenu suivant l'invention : OUI (+) - NON (-)
4 :	type de laminage à chaud : austénite (A) - ferrite (F)
5 :	cylindres de laminage lubrifiés : OUI (+) - NON (-)
6 :	température de bobinage; en °C
7 :	laminage à froid éventuel; taux de réduction en %
8 :	recuit éventuel; température en °C
9 :	taille des grains, en μm
10 :	orientation principale (110) dans le plan de laminage
11 :	orientation principale (100) dans le plan de laminage
12 :	orientation principale (111) dans le plan de laminage
13 :	induction magnétique maximum B50, en Tesla
14 :	pertes magnétiques W15/50, en W/kg.

Pour des aciers ULC, les colonnes 9 à 12 comportent deux valeurs, qui traduisent la situation respectivement en peau et au cœur d'une tôle présentant une structure hétérogène.

L'examen de ce tableau indique que les tôles produites par le procédé de l'invention (signe + dans la colonne 3) présentent une induction magnétique accrue (B50 - colonne 13) et des pertes magnétiques réduites (W15/50 - colonne 14) par rapport aux tôles produites par d'autres méthodes.

T A B L E A U 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
acier	mm	inv	lac	lub	°C	laf	°C	μm	(110)	(100)	(111)	T	W/kg
ELC	0,8	+	F	+	770	-	-	58	0,2	1,9	0,9	1,65	4,1
ELC	0,6	+	F	+	750	-	-	69	0,1	2,1	0,8	1,68	3,7
ELC	1,8	-	A	-	650	-	-	16	1,1	0,9	1	1,56	8,6
ULC	0,8	+	F	+	730	-	-	78	0,1	1,8	1,1	1,75	2,5
ULC	0,4	+	F	+	775	-	-	89	0,1	2	0,9	1,76	2,4
ULC	0,8	-	F	-	760	-	-	8/62	2,3/0,3	0,3/1,6	0,4/1,1	1,60	7,4
ULC	2,0	-	A	-	700	-	-	28	0,9	0,9	1,2	1,61	8
ULC	0,5	+	F	+	550	-	780	98	0,1	2,4	0,5	1,78	2,1
ULC	0,3	+	F	+	700	12 %	750	102	0,1	2,3	0,6	1,75	2,2

Revendications

1. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud, présentant des propriétés magnétiques élevées, qui comprend une opération de laminage de finition dans le domaine ferritique, caractérisé en ce que l'on réchauffe une brame d'acier jusqu'à une température inférieure ou égale à 1100°C, en ce que l'on soumet cette brame à une opération de laminage de dégrossissage dans le domaine austénitique jusqu'à une épaisseur intermédiaire, en ce que l'on refroidit ladite brame jusqu'à une température inférieure à Ac_3 pour opérer la transformation de phase de l'austénite en ferrite, en ce que l'on soumet ladite brame à une opération de laminage de finition dans le domaine ferritique au moyen de cylindres de laminage à chaud lubrifiés par un lubrifiant résistant à haute température, pour former une tôle à chaud ayant une épaisseur comprise entre 0,4 mm et 10 mm, en ce que l'on bobine cette tôle à chaud à une température inférieure à 850°C, et en ce qu'on la refroidit ensuite jusqu'à la température ambiante.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ladite épaisseur intermédiaire est comprise entre 8 mm et 40 mm.
3. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on opère ledit laminage de finition à une température comprise entre Ac_3 et 650°C.
4. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on opère ledit laminage de finition à une température comprise entre 850°C et 750°C.
5. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on opère ledit laminage de finition avec un taux de réduction au moins égal à 90 %.
6. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on bobine la tôle à chaud à une température comprise entre 800°C et 600°C.
7. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on bobine la tôle à chaud à une température comprise entre 650°C et 20°C, en ce qu'on la recuit dans le domaine ferritique à une température comprise entre 600°C et 800°C et en ce qu'on la refroidit jusqu'à la température ambiante.
8. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on soumet la tôle à chaud, après le bobinage, à un écrouissage dont le taux est compris entre 1 % et 35 %, en ce qu'on la recuit dans le domaine ferritique à une température comprise entre 600°C et 800°C et en ce qu'on la refroidit jusqu'à la température ambiante.
9. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 7 et 8, caractérisé en ce que ledit recuit est effectué en continu sous une atmosphère d'hydrogène.
10. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'on bobine ladite tôle immédiatement après le laminage à chaud de finition.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 94 87 0013

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.5)
Y	EP-A-0 388 776 (NIPPON STEEL) * revendication 1 *	1	C21D8/12
Y	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 12, no. 172 (C-497) (3019) 21 Mai 1988 & JP-A-62 278 227 (NIPPON KOKAN) 3 Décembre 1987 * abrégé *	1	
A	--- EP-A-0 367 831 (NKK) * revendication 1 *	1	
A	--- EP-A-0 423 331 (NKK) * revendication 1 *	1	
A	--- EP-A-0 469 980 (UGINE ACIERS DE CHATILLON ET GUEUGNON) * revendication 1 *	1	
A	--- FR-A-2 643 386 (NKK) * revendication 1 *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
			C21D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche BERLIN		Date d'achèvement de la recherche 29 Avril 1994	Examineur Sutor, W
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ***** & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03.92 (P04C02)