

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication: **0 681 031 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **95200245.9**

(51) Int. Cl.⁶: **C21D 8/12, //C22C38/00**

(22) Date de dépôt: **02.02.95**

(30) Priorité: **07.02.94 BE 9400140**

(43) Date de publication de la demande:
08.11.95 Bulletin 95/45

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

(71) Demandeur: **RECHERCHE ET
DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL
SAMBRE, en abrégé: RD-CS
Campus Universitaire du Sart Tilman,
Boulevard de Colonster B 57
B-4000 Liège (BE)**

(72) Inventeur: **Harlet, Philippen
Rue Canada 9
B-6000 Charleroi - Rensart (BE)**
Inventeur: **Beco, Firmin
Rue docteur Malpas 19
B-4041 Vottem - Herstal (BE)**
Inventeur: **Renard, Lucien
Rue de la Forière 82
B-4100 Seraing (BE)**

(74) Mandataire: **Callewaert, Jean et al
GEVERS Patents,
Brussels Airport Business Park,
Holidaystraat 5
B-1831 Diegem (BE)**

(54) **Procédé de production d'acier doux.**

(57) L'invention est relative à un procédé de production d'acier doux suivant lequel on forme des brames à partir d'un acier présentant la composition suivante : $C \leq 1 \%$; $Si \leq 1 \%$; $Mn < 1 \%$; $P < 0,100 \%$; $S < 0,100 \%$; $N < 0,100 \%$; $Al \leq 0,250 \%$, ces brames étant soumises à un laminage conduit au moins en partie dans la phase ferritique, la bande ainsi obtenue subissant un autorecuit et/ou étant soumise à un recuit contrôlé de manière à obtenir une cristallisation de l'acier dans la phase ferritique.

EP 0 681 031 A1

La présente invention est relative à un procédé de fabrication d'acier doux, notamment d'un acier doux à bas champ coercitif pour la fabrication d'aimants utilisés dans les accélérateurs de particules ou installations analogues, tel qu'un anneau de stockage, etc.

D'une façon générale, les accélérateurs de particules d'une certaine dimension nécessitent des aimants d'un acier présentant un ensemble de caractéristiques bien spécifiques. Ainsi, il faut tout d'abord que cet acier présente une résistance mécanique suffisante et des propriétés magnétiques particulières, tel qu'un champ coercitif relativement bas avec une valeur moyenne faiblement dispersée, une absence de vieillissement des propriétés magnétiques, une perméabilité magnétique garantissant de hauts niveaux d'induction ainsi qu'un niveau de perte magnétique très bas permettant de travailler à des épaisseurs de tôles égales ou supérieures à 1,5 mm.

De plus, la planéité des pièces constitutives de l'aimant doit être telle qu'elle permette d'assurer un coefficient de remplissage élevé, de préférence supérieur à 98 %. Ces pièces doivent également présenter des tolérances d'épaisseurs très serrées, ne présenter aucune tension mécanique, être pratiquement exemptes de carbone, résister à la corrosion, pouvoir être usinées et découpées facilement et enfin pouvoir se présenter en des épaisseurs aussi élevées que possible.

L'invention vise à présenter un procédé économiquement justifié pour le traitement d'un acier en vue d'obtenir un acier doux répondant autant que possible aux critères définis ci-dessus.

Ce procédé est caractérisé par le fait que l'on part d'un acier répondant à la composition suivante :

$C \leq 1 \%$
 $Si \leq 1 \%$
 $Mn < 1 \%$
 $P < 0,100 \%$
 $S < 0,100 \%$
 $N < 0,100 \%$
 $Al \leq 0,250 \%$,

que l'on forme des brames à partir d'un tel acier, que l'on soumet ces brames à un laminage conduit au moins en partie dans la phase ferritique jusqu'à obtenir une bande d'une épaisseur de 1 à 12 mm et que cette bande d'acier subit un auto-recuit et/ou est soumise un recuit contrôlé, de manière à obtenir une cristallisation de l'acier laminé dans la phase ferritique.

Avantageusement, on part d'un acier répondant à la composition suivante :

$C \leq 0,010 \%$
 $Si \leq 0,30 \%$
 $Mn < 1 \%$
 $P < 0,030 \%$

$S < 0,020 \%$

$N < 0,010 \%$

$Al < 0,100 \%$,

les brames formées à partir d'un tel acier étant soumises à un laminage dans la phase ferritique à une température de 200 à 900 °C avant le recuit précité.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre non-limitatif, de quelques formes de réalisation du procédé de l'invention illustré par les exemples concrets d'application.

D'une façon générale, en fonction des paramètres des étapes successives du procédé de l'invention, on part d'un acier répondant à la composition générale suivante :

$C \leq 1 \%$
 $Si \leq 1 \%$
 $Mn < 1 \%$
 $P < 0,100 \%$
 $S < 0,100 \%$
 $N < 0,100 \%$
 $Al \leq 0,250 \%$.

A partir de cet acier, on coule des brames, par exemple d'une épaisseur de 200 à 300 mm. A noter qu'une décarburation de l'acier liquide peut avantageusement être réalisée. Cette décarburation peut être favorisée par l'addition à l'acier à l'état fondu d'éléments carburigènes notamment Nb, Ti, V, de préférence à des concentrations qui sont telles que le carbone libre dans les brames coulées soit inférieur à 0,006 %.

Le cas échéant, les brames ainsi obtenues sont réchauffées dans le but d'augmenter la malléabilité de l'acier et ainsi d'en faciliter le laminage ultérieur. On réalise ce réchauffage par exemple à une température de 900 à 1250 °C.

Ensuite, après dégrossissage de ces brames sur un train classique, on procède alors à un laminage dans la phase ferritique.

Ainsi, pour assurer qu'au moins la fin de ce laminage aura réellement lieu dans cette phase ferritique, celui-ci aura avantageusement lieu à une température inférieure à 900 °C.

Ceci permet d'obtenir un produit non-cristallisé écroui, se présentant quelque peu sous forme de fibres très dures.

On réalise ce laminage jusqu'à obtenir une bande d'acier d'une épaisseur de 1 à 12 mm, suivant l'application envisagée.

Cette bande d'acier ainsi obtenue subit un auto-recuit et/ou est soumise à un recuit contrôlé de manière à obtenir une cristallisation identique à celle de l'acier laminé dans la phase ferritique.

L'auto-recuit qui se produit automatiquement, suite à la température à laquelle se trouve la bande, a lieu pendant et après le bobinage de ces bandes d'acier laminées.

Par contre, au cas où un recuit contrôlé est désiré, la bobine d'acier est introduite dans un four pendant un temps déterminé et est portée à une température qui est notamment fonction de ce temps de séjour dans le four.

Ainsi, on effectue par exemple le recuit contrôlé à une température comprise entre 400 et 910 °C pendant une durée de 3 minutes à 48 heures et de préférence de 30 minutes à 48 heures, ce en veillant que les durées de séjour dans le four les plus courtes correspondent aux températures de recuit les plus élevées et inversement que les durées les plus longues correspondent aux températures les plus basses.

De plus, suivant l'invention, on peut prévoir également une étape de décapage de la bande d'acier ainsi laminée.

Ce décapage a de préférence lieu avant le recuit. Toutefois, le décapage et le recuit peuvent, le cas échéant, être effectués simultanément, par exemple dans une atmosphère réductrice riche en hydrogène.

Par ailleurs, dans le but d'obtenir une structure cristallographique sensiblement homogène dans toute la section de la bande laminée, surtout dans la zone de surface par rapport à la zone centrale de la bande, on utilise avantageusement des cylindres de laminage lubrifiés réduisant ainsi l'effet de frottement à la surface des brames et des bandes d'acier lors du laminage.

Ci-après sont donnés quelques exemples concrets de réalisation du procédé suivant l'invention à partir d'un acier d'une composition bien déterminée.

Exemple 1

L'acier utilisé pour la formation des brames présentait la composition suivante :

C = 0,002 %
Mn = 0,110 %
S = 0,004 %
Si = 0,005 %
P = 0,012 %
Al = 0,012 %
N = 0,0015 %

Les brames obtenues ont été soumises à un réchauffage pendant 1 heures 30 minutes à une température de 1250 °C.

Ensuite a eu lieu le laminage à une température qui était de 900 °C à l'entrée et de 780 °C à la sortie du finisseur.

L'épaisseur de la bande d'acier obtenu était de 2,5 mm. Ensuite a eu lieu le bobinage de la bande d'acier à une température moyenne de l'ordre de 680 °C et de ce fait elle subit un auto-recuit. Enfin, un décapage chimique classique a été appliqué sur la bande d'acier après l'avoir mise à plat et décou-

pée en feuilles.

La taille du grain dans la bande terminée était de 5 ASTM et le champs coercitif était égal à 95 A/m.

Exemple 2

L'acier utilisé présentait la composition suivante :

C = 0,005 %
Mn = 0,250 %
Ti = 0,040 %
Al = 0,005 %
Si = 0,200 %
S = 0,008 %
P = 0,013 %.

Comme dans l'exemple précédent, les brames formés à partir d'un tel acier ont été soumises à un réchauffage à une température de 1250 °C pendant environ 1 heure et demie.

Le laminage a été effectué sur un train continu finisseur. A l'entrée de ce dernier la température de l'acier était de l'ordre de 900 °C et à la sortie de l'ordre de 750 °C. La bande a alors été bobinée à une température de 750 °C. Par la suite, une finition par laminage à froid, à savoir un skinn-pass de 2 %, a été effectuée. Après un décapage chimique classique en milieu sulfurique, un recuit continu a été effectué à une température de 825 °C et ce pendant une durée de 90 secondes. Puis enfin la bande a été soumise à une trempe "HOWAQ" à 400 °C et à un surveillance pendant 200 secondes à 400 °C suivi d'un nouveau décapage à l'acide formique et d'un nouveau skinn-pass de 0,2 %.

La taille de grain dans la bande d'acier terminée était de 2 ASTM et le champ coercitif était égal à 80 A/m.

Exemple 3

L'acier utilisé présentait la composition suivante :

C = 0,003 %
Mn = 0,300 %
S = 0,001 % globulaire
Si = 0,250 %
P = 0,015 %
Al = 0,250 %
V = 0,150 %.

La température de réchauffage était de 1050 °C pendant 2 heures.

La température moyenne au finisseur était de 840 °C.

La température de bobinage était de 730 °C.

Un auto-recuit s'est effectué automatiquement en bobine.

Ensuite, un déroulage suivi d'un planage de la "tôle noire", c'est-à-dire sans décapage, ont été effectués.

Cette tôle présentait alors un champ coercitif de 50 A/m et une induction de 1,95 Ts à un champ magnétique de 100 A/cm.

Exemple 4

L'acier utilisé présentait la composition suivante :

C = 0,001 %
Nb = 0,015 %
Ti = 0,025 %
N = 0,003 %
S = 0,005 %
P = 0,022 %
Mn = 0,325 %.

La température de réchauffage était de 1000 °C pendant 2 heures 15 minutes.

La température à l'entrée du finisseur était de 900 °C et à la sortie de 675 °C.

La température de bobinage était de 200 °C et l'épaisseur de la bande à la sortie du finisseur était de 0,8 mm.

Un recuit continu et un décapage à l'hydrogène à 850 °C pendant 120 secondes ont été appliqués.

L'acier obtenu présentait un grain ASTM 1 et un champ coercitif de 40 A/m.

L'induction était de 0,8 Ts à un champ magnétique de 40 A/m.

Exemple 5

L'acier utilisé présentait la composition suivante :

C = 0,017 %
Ti = 0,150 %
Al = 0,025 %
Si = 0,030 %
P = 0,017 %
S = 0,007 %
N = 0,0065 %.

La température de réchauffage était de 1250 °C pendant 1 heure 30 minutes.

La température moyenne dans le finisseur était de 760 °C.

La température de bobinage était de 300 °C et ce dernier était suivi d'un décapage chimique.

Le recuit a été réalisé dans un milieu d'hydrogène à une température de 750 °C.

L'acier obtenu présentait un grain ASTM de 5-6.

Le champ coercitif était de 110 A/m.

L'invention n'est bien entendu pas limitée aux différentes formes de réalisation décrites ci-dessus et, dans le cadre de l'invention, plusieurs variantes

peuvent être envisagées, notamment en ce qui concerne le type de recuit et de décapage appliqué. Ainsi, un traitement d'élimination de la calamine peut, si nécessaire, intervenir à différentes étapes du procédé. Ce traitement peut être un décapage chimique ou un décalaminage mécanique tel que, respectivement, une réduction de l'oxyde métallique par un agent réducteur, comme par exemple l'hydrogène, ou un grenailage.

Par ailleurs, la bande d'acier laminée peut être maintenue à une température sensiblement uniforme relativement basse de tout au plus 150 °C avant son enroulement éventuel.

15 Revendications

1. Procédé de production d'acier doux, caractérisé en ce que l'on fait usage d'un acier répondant à la composition suivante :

20 C ≤ 1 %
Si ≤ 1 %
Mn < 1 %
P < 0,100 %
S < 0,100 %
25 N < 0,100 %
Al ≤ 0,250 %,

en ce que l'on forme des brames à partir d'un acier présentant la composition susdite, à ce que l'on soumet ces brames à un laminage conduit au moins en partie dans la phase ferritique jusqu'à obtenir une bande d'une épaisseur de 1 à 12 mm et à ce que la bande d'acier ainsi obtenue subit un autorecuit et/ou est soumise à un recuit contrôlé de manière à obtenir une cristallisation de l'acier dans la phase ferritique.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on fait usage d'un acier répondant à la composition suivante :

40 C ≤ 0,010 %
Si ≤ 0,30 %
Mn < 1 %
P < 0,030 %
S < 0,020 %
45 N < 0,010 %
Al < 0,100 %,

à ce que, après avoir formé des brames à partir d'un acier répondant à cette composition, on soumet ces dernières à un laminage à une température de 200 à 900 °C.

3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on soumet l'acier à un traitement de décarburation, de préférence préalable au laminage.

4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on amène les brames à une température de 900 à 1200 °C avant le laminage.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise un acier contenant des éléments carburigènes, notamment Nb, Ti, V, à des concentrations telles que le carbone libre soit inférieur à 0,006 %.

6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on soumet la bande d'acier obtenue par le laminage précité à un traitement de décapage.

7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que l'on soumet la bande d'acier à un décapage préalable et/ou simultané avec le recuit contrôlé précité.

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on réalise le recuit à une température comprise entre 400 °C et 910 °C.

9. Procédé suivant la revendication 8, caractérisé en ce que l'on réalise le recuit précité pendant une durée de 3 minutes à 48 heures, de préférence 30 minutes à 48 heures, les durées les plus courtes correspondant aux températures de recuit les plus élevées et, inversement, que les durées les plus longues correspondant aux températures les plus basses.

10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'on refroidit la bande d'acier laminée à une température sensiblement uniforme de tout au plus 150 °C avant son bobinage éventuel.

11. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on met la bande à plat après le laminage et à ce qu'on la découpe à dimension avant le recuit.

12. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'on fait usage de cylindres de laminage lubrifiés de manière à permettre l'obtention d'une structure cristallographique sensiblement homogène dans toute la section de la bande laminée.

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 20 0245

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.6)
P,X	EP-A-0 609 190 (CENTRE DE RECHERCHES MÉTALLURGIQUES) 3 Août 1994 * le document en entier * ---	1-6, 10, 12	C21D8/12 //C22C38/00
X	GB-A-2 226 571 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES) * le document en entier * ---	1, 4, 8, 9	
X	EP-A-0 388 776 (NIPPON STEEL CORPORATION) * revendication 1; exemples * ---	1-4	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 197 (C-833) 21 Mai 1991 & JP-A-03 053 023 (SUMITOMO METAL IND LTD) 7 Mars 1991 * abrégé * ---	1	
A	EP-A-0 469 980 (UGINE ACIERS DE CHATILLON ET GUEUGNON) ---		
A	EP-A-0 263 413 (NIPPON KOKAN KK) ---		
A	FR-A-2 643 387 (NKK CORPORATION) ---		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
A	FR-A-2 643 386 (NKK CORPORATION) ---		C21D
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 64 (C-806) 15 Février 1991 & JP-A-02 290 921 (SUMITOMO METAL IND LTD) 30 Novembre 1990 * abrégé * -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 11 Mai 1995	Examineur Mollet, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 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			