

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 851 039 A1**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:

**01.07.1998 Bulletin 1998/27**

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **C22C 38/42**, C21D 6/00,  
C21D 9/52

(21) Numéro de dépôt: **97402907.6**

(22) Date de dépôt: **03.12.1997**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE**

(30) Priorité: **31.12.1996 FR 9616250**

(71) Demandeurs:

- **Sprint Métal - Société de Production  
Internationale de Tréfiles  
92800 Puteaux (FR)**
- **IMPHY S.A.  
F-92800 Puteaux (FR)**
- **UGINE SAVOIE  
F-73403 Ugine Cédex (FR)**

(72) Inventeurs:

- **Marandel, Joel  
58640 - Varennes-Vauzelles (FR)**
- **Hauser, Jean-Michel  
73400 - Ugine (FR)**

(74) Mandataire: **Ventavoli, Roger**

**USINOR,  
Direction Propriété Industrielle,  
Immeuble "La Pacific",  
La Défense,  
11/13 Cours Valmy,  
TSA 10001  
92070 La Défense (FR)**

(54) **Fil en acier inoxydable et procédé de fabrication**

(57) Fil en acier inoxydable de diamètre inférieur à 2 mm et de résistance à la traction supérieure à 2100 MPa constitué d'un acier dont la composition chimique comprend, en poids :  $0 \% \leq C \leq 0,03 \%$  ;  $0 \% \leq Mn \leq 2$

$\%$  ;  $0 \% \leq Si \leq 0,5 \%$  ;  $8 \% \leq Ni \leq 9 \%$  ;  $17 \% \leq Cr \leq 18 \%$  ;  $0 \% \leq Mo \leq 0,4 \%$  ;  $3 \% \leq Cu \leq 3,5 \%$  ;  $0 \% \leq N \leq 0,03 \%$  ;  $S \leq 0,01 \%$  ;  $P \leq 0,04 \%$  ; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Procédé de fabrication du fil et utilisations.

**EP 0 851 039 A1**

## Description

La présente invention concerne un fil en acier inoxydable de petit diamètre ayant des caractéristiques mécaniques élevées, utilisable notamment pour la fabrication de ressorts ou de fils de renforcement d'élastomères.

On connaît des fils tréfilés fins, ayant des caractéristiques mécaniques très élevées, constitués d'un acier inoxydable austénitique instable du type 1.4310 (selon les normes EN 10088 et Pr EN 10270.3) dont l'analyse chimique comprend, en poids, de 16 à 19 % de chrome, de 6 à 9,5 % de nickel, au plus 0,8 % de molybdène, au plus 0,11 % d'azote et de 0,05 à 0,15 % de carbone. Les caractéristiques mécaniques obtenues pour le fil tréfilé résultent à la fois de l'écrouissage et de la formation de martensite  $\alpha'$  engendrée par l'écrouissage résultant du tréfilage. Ces fils peuvent être utilisés pour la fabrication de ressorts qui sont obtenus par mise en forme du fil puis traitement thermique de relaxation et de durcissement. Cette technique présente au moins un inconvénient qui résulte de la consolidation très importante durant le tréfilage. Du fait de l'importance de cette consolidation, lorsque le diamètre du fil est petit, il ne peut être obtenu qu'en plusieurs cycles alternant tréfilage et traitement thermique d'hypertrempe. Cela complique la fabrication et augmente son coût.

On connaît également des fils tréfilés fins, ayant des caractéristiques mécaniques très élevées, utilisables notamment pour la fabrication de ressorts, constitués d'un acier inoxydable austénitique à durcissement secondaire par précipitation de NiAl, du type 1.4568 (selon la norme EN 10088 et Pr EN 10270) dont l'analyse chimique comprend, en poids, de 16 à 18 % de chrome, de 6,5 à 7,8 % de nickel et de 0,7 à 1,5 % d'aluminium.

Cette technique présente l'avantage de permettre de fabriquer les ressorts à partir d'un fil de caractéristiques mécaniques sensiblement inférieure aux caractéristiques mécaniques souhaitées pour le ressort, ce qui facilite la réalisation de l'opération de mise en forme. En effet, les caractéristiques mécaniques finales peuvent être obtenues par un traitement thermique de vieillissement qui engendre un durcissement par précipitation. Par contre, cette technique présente d'une part l'inconvénient d'utiliser des nuances d'acier contenant des éléments facilement oxydables ou nitrurables qui engendrent la formation d'inclusions néfastes pour la tenue en fatigue des ressorts, d'autre part ces nuances d'acier conduisent, comme dans le cas précédant, à une consolidation très importante pendant le tréfilage ce qui nécessite, de la même façon, une succession de cycles alternant tréfilage et traitement d'hypertrempe.

Le but de la présente invention est de remédier à ces inconvénients en proposant un fil en acier inoxydable austénitique durcissable par précipitation, ayant, à l'état écroui avant vieillissement, une résistance à la traction supérieure à 2200 MPa pour un diamètre compris entre 0,4 et 0,5 mm, supérieure à 2225 MPa pour un diamètre compris entre 0,3 et 0,4 mm, supérieure à 2250 MPa pour un diamètre compris entre 0,2 et 0,3 mm, supérieure à 2275 mm pour un diamètre inférieur à 0,2 mm, et qui soit facile à tréfiler ou à laminier à froid.

Ce fil peut être de section ronde, ovale ou polygonale, par exemple de section triangulaire, carrée, rectangulaire ou hexagonale. Lorsqu'il est de section ronde, sa dimension est définie par son diamètre, lorsque sa section n'est pas ronde, sa dimension est définie par le diamètre d'un fil dont la section aurait la même surface. Dans tous les cas, on parlera du diamètre du fil.

A cet effet, l'invention a pour objet un fil en acier inoxydable, de diamètre inférieur à 2 mm et de résistance à la traction supérieure à 2100 MPa, constitué d'un acier dont la composition chimique comprend, en poids :

$$0 \% \leq C \leq 0,03 \%$$

$$0 \% \leq Mn \leq 2 \%$$

$$0 \% \leq Si \leq 0,5 \%$$

$$8 \% \leq Ni \leq 9 \%$$

$$17 \% \leq Cr \leq 18 \%$$

$$0 \% \leq Mo \leq 0,4 \%$$

$$3 \% \leq Cu \leq 3,5 \%$$

## EP 0 851 039 A1

$$0 \% \leq N \leq 0,03 \%$$

5

$$S \leq 0,01 \%$$

$$P \leq 0,04 \%$$

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

Ce fil peut être utilisé notamment pour fabriquer un ressort, confectionner un câble ou peut constituer l'âme d'un fil de renforcement d'élastomère.

15 L'invention concerne également un procédé pour la fabrication du fil selon l'invention. Le procédé consiste à s'approvisionner en un fil machine de diamètre supérieur ou égal à 5 mm constitué d'un acier austénitique dont la composition chimique est conforme à ce qui est indiqué ci-dessus, à le soumettre à un traitement d'hypertrempe pour lui conférer une structure entièrement austénitique, à le décaper et à le mettre en forme par déformation plastique à froid, généralement sans traitement thermique intermédiaire, ou, pour les plus petits diamètres, avec une hypertrempe intermédiaire suivie d'une réduction de section supérieure à 300. La mise en forme par déformation plastique à froid a pour but, notamment, de réduire la section et, éventuellement, de donner à la section du fil la forme souhaitée (rond, carré, triangle, etc.). Cette déformation plastique peut être effectuée par tréfilage, par laminage ou par tout autre procédé de fabrication d'un fil par déformation plastique à froid. On peut compléter le procédé par un traitement thermique de vieillissement, effectué sur le fil fortement écroui, et constitué d'un maintien pendant une durée comprise entre 5 mn et 3 heures à une température comprise entre 400 et 475 °C.

25

L'invention concerne enfin un acier inoxydable austénitique dont la composition chimique comprend, en poids :

$$0 \% \leq C \leq 0,03 \%$$

30

$$0 \% \leq Mn \leq 2 \%$$

$$0 \% \leq Si \leq 0,5 \%$$

35

$$8 \% \leq Ni \leq 9 \%$$

$$17 \% \leq Cr \leq 18 \%$$

40

$$0 \% \leq Mo \leq 0,4 \%$$

45

$$3 \% \leq Cu \leq 3,5 \%$$

$$0 \% \leq N \leq 0,03 \%$$

50

$$S \leq 0,01 \%$$

$$P \leq 0,04 \%$$

55

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

L'invention va maintenant être décrite de façon plus précise, mais non limitative, et illustrée par les exemples qui suivent.

## EP 0 851 039 A1

Pour fabriquer un fil tréfilé fin de diamètre inférieur ou égal à 2 mm, on utilise un fil machine de diamètre supérieur ou égal à 5 mm en acier inoxydable austénitique dont la composition chimique comprend, en poids :

- moins de 0,03 % de carbone car, au delà, la martensite présente en grande proportion dans le fil tréfilé devient sensible à la rupture différée et les ressorts peuvent, alors, se fissurer sous l'effet des contraintes résiduelles de formage ; en général la teneur en carbone est supérieure à 0,005 % car il est extrêmement difficile de descendre en dessous lors des opérations d'affinage ;
- de 0 % à 2 %, et de préférence plus de 0,2 %, de manganèse pour fixer le soufre et éviter la formation de sulfures de chrome à bas point de fusion ; au delà de 2 % l'acier devient très difficile à décarburer sans réoxyder le manganèse, ce qui augmente de façon très importante les coûts de fabrication ;
- de 0 % à 0,5 % de silicium dont la présence (en général plus de 0,1 %) résulte de l'élaboration de l'acier, durcit fortement la martensite présente dans les fils écrouis ; afin d'éviter un durcissement excessif avant l'opération de mise en forme, on limite sa teneur à 0,5 % ;
- de 8 % à 9 % de nickel, pour garantir une structure austénitique pendant le laminage à chaud et après le traitement d'hypertrempe ;
- de 17 % à 18 % de chrome pour obtenir une résistance à la corrosion suffisante sans engendrer trop de difficultés de décapage après le laminage à chaud ;
- de 0 % à 0,4 % de molybdène pour améliorer la tenue à la corrosion sans détériorer les autres propriétés ;
- de 3 % à 3,5 % de cuivre pour permettre le durcissement par précipitation au cours du traitement de vieillissement après tréfilage ; la teneur est limitée à 3,5 % car, au delà, le cuivre engendre des difficultés de laminage à chaud ;
- de 0 % à 0,03 % d'azote qui résulte de l'élaboration ; sa teneur est généralement supérieure à 0,005 %, mais doit rester inférieure à 0,03 % pour éviter des risques de fissuration en différé ;
- moins de 0,01 % de soufre qui est une impureté dont la teneur doit être limitée car, en trop grande quantité, elle rend cassants les fils tréfilés ;
- moins de 0,04 % de phosphore qui est une impureté pouvant créer des défauts lors du laminage à chaud ;

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

L'ensemble des éléments a un effet sur la stabilité de la structure austénitique pendant le laminage à chaud et après hypertrempe, mais, également, sur la structure de solidification. Les domaines de composition pour chacun des éléments ont été choisis de telle sorte que cette structure de solidification soit ferritique et exempte de fortes ségrégations.

Comme l'ont observé de façon inattendue les inventeurs, cet acier présente l'avantage de permettre d'atteindre des caractéristiques mécaniques élevées par tréfilage et durcissement structural sans nécessiter de recuit intermédiaire, même pour des réduction de diamètre supérieures à 20 fois.

Avec l'acier qui vient d'être défini, on fabrique par laminage à chaud un fil machine de diamètre supérieur ou égal à 5 mm qui est soumis à un traitement d'hypertrempe consistant en un chauffage à une température comprise entre 800 °C et 1250 °C suivi d'un refroidissement à l'air, ou plus rapide, afin de lui conférer une structure entièrement austénitique, puis il est décapé.

Le fil machine hypertrempe et décapé ainsi obtenu est alors tréfilé jusqu'à un diamètre inférieur à 2 mm, en une ou plusieurs étapes de plusieurs passes chacune, sans qu'il soit nécessaire de faire de traitement thermique intermédiaire, au moins tant que le rapport de la section initiale à la section finale reste inférieur à 485. Pour fabriquer les plus petits diamètres, notamment les diamètres inférieurs à 0,25 mm, il peut être nécessaire de faire une hypertrempe intermédiaire destinée à restaurer la capacité de déformation du métal. Cependant, dans ce cas, pour obtenir les caractéristiques mécaniques souhaitées, l'écrouissage final, c'est à dire effectué après l'hypertrempe intermédiaire, doit correspondre à une réduction de section supérieure à 300 (section finale / section initiale  $\leq 1 / 300$ ).

Pour obtenir les propriétés mécaniques souhaitées en final, c'est à dire, une résistance à la traction, fonction du diamètre, conformément à la norme, reprise au tableau ci-dessous, on effectue un traitement thermique de vieillissement.

résistance à la traction minimale imposée par les normes										
$\Phi$ mm	1,5/1,75	1,25/1,5	1/1,25	0,8/1	0,65/0,8	0,5/0,65	0,4/0,5	0,3/0,4	0,2/0,3	< 0,2
R MPa	1950	2000	2050	2100	2125	2150	2200	2225	2250	2275

Ce traitement de vieillissement consiste en un chauffage pendant un temps compris entre 5 mn et 3 heures, à une température comprise entre 400 et 475 °C. Il engendre un durcissement résultant de la précipitation de Cu  $\epsilon$  (c.f.c.) dans une structure cubique centrée (martensite  $\alpha'$  induite par la déformation de tréfilage). Ce durcissement est, toutes

choses égales par ailleurs, d'autant plus élevé que la teneur en martensite  $a'$  est plus élevée.

Selon l'application envisagée, le traitement de vieillissement peut être effectué soit directement après tréfilage, soit après avoir effectué des opérations supplémentaires sur le fil, par exemple après l'avoir mis en forme pour fabriquer un ressort spirale.

A titre d'exemple, on a fabriqué des fils tréfilés de 1 mm, 0,5 mm et 0,25 mm de diamètre conforme à l'invention en partant d'un fil machine de 5,5 mm de diamètre constitué d'un acier inoxydable austénitique dont la composition chimique était la suivante (en % en poids) :

C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cu	N	S	P
0,011	1,83	0,4	8,08	17,24	0,36	3,24	0,027	0,004	0,025

Le fil machine a été hypotrempe par réchauffage à 1080 °C et refroidissement à l'eau puis décapé.

Le fil machine a alors été tréfilé selon les schémas suivants :

- fil de 1 mm de diamètre : en une descente de 5,5 mm à 1 mm, en 12 passes;
- fil de 0,5 mm de diamètre : à partir du fil écroui de 1 mm, en une descente de 8 passes de 1 mm à 0,5 mm ;
- fil de 0,25 mm de diamètre : à partir du fil écroui de 1 mm, en une descente de 5 passes de 1 mm à 0,7 mm suivie d'une descente de 8 passes de 0,7 mm à 0,25 mm; sans traitement thermique intermédiaire.

Après tréfilage le fil a été vieilli par maintien à 435°C pendant 1 heure.

Les caractéristiques mécaniques (résistance à la rupture  $R_m$ , et résistance pour une déformation plastique de 0,2 %  $R_{p0,2}$ ) obtenues avant et après vieillissement, ainsi que le taux de martensite  $\alpha'$ , étaient :

Diamètre	avant vieillissement			après vieillissement	
	% $\alpha'$	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)
1 mm	52	1702	1856	2070	2197
0,5 mm	65	2083	2291	2668	2723
0,25 mm	75	2580	2666	3076	3095

Les fils ainsi obtenus ont été utilisés pour fabriquer des ressorts comme indiqué ci-dessus qui ont l'avantage de présenter des caractéristiques au moins égales à celles des ressorts fabriqués en nuance standard 1.4310, avec une relaxation égale, voire améliorée, tout en étant plus simples et moins coûteux à fabriquer.

Du fait de leurs caractéristiques, les fils selon l'invention peuvent également être utilisés pour fabriquer des fils de renforcement d'élastomères, par exemple pour réaliser des armatures de pneumatiques. Ces fils de renforcement comportent une âme constituée d'un fil tréfilé selon l'invention revêtu, par exemple, par nickelage et laitonnage (ce revêtement est destiné à assurer une bonne liaison avec le caoutchouc).

## Revendications

1. Fil en acier inoxydable de diamètre inférieur à 2 mm et de résistance à la traction supérieure à 2100 MPa, caractérisé en ce qu'il est constitué d'un acier dont la composition chimique comprend, en poids :

$$0 \% \leq C \leq 0,03 \%$$

$$0 \% \leq Mn \leq 2 \%$$

$$0 \% \leq Si \leq 0,5 \%$$

## EP 0 851 039 A1

$$8 \% \leq \text{Ni} \leq 9 \%$$

5

$$17 \% \leq \text{Cr} \leq 18 \%$$

$$0 \% \leq \text{Mo} \leq 0,4 \%$$

10

$$3 \% \leq \text{Cu} \leq 3,5 \%$$

$$0 \% \leq \text{N} \leq 0,03 \%$$

15

$$\text{S} \leq 0,01 \%$$

20

$$\text{P} \leq 0,04 \%$$

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

25

2. Fil selon la revendication 1 caractérisé en ce que son diamètre est inférieur ou égal à 0,5 mm et sa résistance à la traction supérieure ou égale à 2200 MPa.

3. Fil selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que son diamètre est inférieur ou égal à 0,3 mm et sa résistance à la traction supérieure ou égale à 2250 MPa.

30

4. Fil selon la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que son diamètre est inférieur ou égal à 0,2 mm et sa résistance à la traction supérieure ou égale à 2275 MPa.

5. Ressort caractérisé en ce qu'il est constitué d'un fil selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.

35

6. Fil de renforcement d'élastomère comportant au moins une âme en acier inoxydable, caractérisé en ce que l'âme est constituée d'un fil selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.

7. Procédé pour la fabrication d'un fil selon la revendication 1 caractérisé en ce que :

40

- on s'approvisionne en un fil machine de diamètre supérieur ou égal à 5 mm en un acier dont la composition chimique comprend, en poids :

$$0 \% \leq \text{C} \leq 0,03 \%$$

45

$$0 \% \leq \text{Mn} \leq 2 \%$$

50

$$0 \% \leq \text{Si} \leq 0,5 \%$$

$$8 \% \leq \text{Ni} \leq 9 \%$$

55

$$17 \% \leq \text{Cr} \leq 18 \%$$

## EP 0 851 039 A1

$$0 \% \leq \text{Mo} \leq 0,4 \%$$

5

$$3 \% \leq \text{Cu} \leq 3,5 \%$$

$$0 \% \leq \text{N} \leq 0,03 \%$$

10

$$\text{S} \leq 0,01 \%$$

15

$$\text{P} \leq 0,04 \%$$

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

- on effectue sur le fil machine une hypertrempe afin d'obtenir une structure entièrement austénitique,
- et on effectue une mise en forme par déformation plastique à froid pour obtenir un diamètre inférieur à 2 mm.

20

8. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que la mise en forme par déformation plastique à froid est effectuée sans traitement thermique intermédiaire.

25

9. Procédé selon la revendication 7 caractérisé en ce que la mise en forme par déformation plastique à froid est effectuée avec une hypertrempe intermédiaire et en ce que la réduction de section effectuée après l'hypertrempe intermédiaire est supérieure à 300.

30

10. Procédé selon la revendication 8 ou la revendication 9 caractérisé en ce que, en outre, on effectue un traitement thermique de vieillissement constitué d'un maintien pendant une durée comprise entre 5 mn et 3 heures à une température comprise entre 400 °C et 475 °C.

11. Acier pour la fabrication d'un fil selon la revendication 1 caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :

35

$$0 \% \leq \text{C} \leq 0,03 \%$$

$$0 \% \leq \text{Mn} \leq 2 \%$$

40

$$0 \% \leq \text{Si} \leq 0,5 \%$$

$$8 \% \leq \text{Ni} \leq 9 \%$$

45

$$17 \% \leq \text{Cr} \leq 18 \%$$

50

$$0 \% \leq \text{Mo} \leq 0,4 \%$$

$$3 \% \leq \text{Cu} \leq 3,5 \%$$

55

$$0 \% \leq \text{N} \leq 0,03 \%$$

## EP 0 851 039 A1

$$S \leq 0,01 \%$$

$$P \leq 0,04 \%$$

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

**12.** Fil selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que sa section est ronde.

**13.** Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9 caractérisé en ce que la mise en forme par déformation plastique à froid est un tréfilage en plusieurs passes.





Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 97 40 2907

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.6)
A	DE 23 38 282 A (CREUSOT LOIRE) 7 février 1974 * page 8, alinéa 1; revendications 1-3 *	1,7	C22C38/42 C21D6/00 C21D9/52
A	US 3 282 684 A (P.M.ALLEN) 1 novembre 1966 * colonne 1, alinéa 3; revendication 1 *	1	
A	EP 0 646 653 A (UNITED STATES SURGICAL CORP) 5 avril 1995 * revendications 1,2 *	1	
A	US 4 022 586 A (ESPY RONALD HARRY) 10 mai 1977 * colonne 1, alinéa 4; revendication 1 *	1	
A	US 4 222 773 A (DEGERBECK JOERGEN) 16 septembre 1980 * revendication 1 *	1	
A	FR 2 478 675 A (NISSHIN STEEL CO LTD) 25 septembre 1981 * revendication 1 *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.6)
A	EP 0 567 365 A (UGINE SAVOIE) 27 octobre 1993 * colonne 6, ligne 44 - ligne 48; revendication 1 *	1	C22C C21D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 10 mars 1998	Examineur Gregg, N
<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 &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)