

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 859 064 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
19.08.1998 Bulletin 1998/34

(51) Int Cl.⁶: **C21D 8/06, C22C 38/42**

(21) Numéro de dépôt: **98400241.0**

(22) Date de dépôt: **05.02.1998**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

(30) Priorité: **18.02.1997 FR 9701858**

(71) Demandeurs:
• **UGINE SAVOIE (société anonyme)**
73400 Ugine (FR)
• **Sprint Métal - Société de Production**
Internationale de Tréfiles
92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeurs:
• **Hauser, Jean-Michel**
73400 Ugine (FR)

• **Marandel, Joel**
58640 Varennes Vauzelles (FR)
• **Havette, Etienne**
73200 Albertville (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) **Acier inoxydable pour l'élaboration de fil tréfilé notamment de fil de renfort de pneumatique et procédé de réalisation dudit fil**

(57)

Procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm par tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil préalablement tréfilé de base d'un acier de composition pondérale suivante :

- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$
- azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,

le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$

- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,
- $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
- $9\% < \text{nickel} \leq 12\%$,
- $15\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$
- $1,5\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$

- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
- phosphore $< 0,050\%$
- $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
- magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
- des impuretés inhérentes à la fabrication,

acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:

- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$.

EP 0 859 064 A1

Description

La présente invention concerne un procédé d'élaboration de fil tréfilé, en acier inoxydable, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm, par tréfilage d'un acier ayant une composition et une propreté inclusionnaire adaptées. Le fil obtenu par le procédé peut être utilisé dans le domaine de la réalisation de pièces soumises à la fatigue.

Les fils métalliques de renfort d'élastomères pour pneumatiques doivent présenter, un faible diamètre, généralement compris entre 0,1 mm et 0,3 mm et des caractéristiques mécaniques élevées. La charge à la rupture en traction peut être supérieure à 2300 MPa, la ductilité résiduelle, mesurée par la striction en traction, la torsion ou par test de bouclage doit être non nulle, la limite d'endurance en fatigue par flexion rotative ou alternée doit être supérieure à 1000 MPa.

Ces caractéristiques sont nécessaires pour supporter les efforts statiques ou alternés auquel le fil est soumis dans les assemblages incorporés aux pneumatiques.

En outre, le tréfilage du fil d'acier inoxydable jusqu'au diamètre compris entre 0,1 et 0,3 mm doit être possible dans des conditions industrielles, c'est à dire avec des fréquences de casse aussi faibles que possible, en limitant les opérations coûteuses telles que les traitements thermiques ou les recuits intermédiaires.

Il est connu l'usage, pour les renforts des pneumatiques, d'un fil d'acier inoxydable à l'état fortement écroui par tréfilage.

La demande de brevet FR 93 12 528 traite de l'utilisation d'un fil d'acier inoxydable de diamètre compris entre 0,05 mm et 0,5 mm dont la résistance à la rupture R_m est supérieure à 2000 MPa. L'acier dont est composé le fil contient dans sa composition au moins 50% de martensite obtenue, par tréfilage, sous un taux de réduction supérieur à 2,11 avec recuits intermédiaires, la somme de la teneur en nickel et chrome étant compris entre 20% et 35%.

L'invention a pour but l'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm par tréfilage d'un fil-machine de base de diamètre supérieur ou égal à 5 mm ou d'un fil préalablement tréfilé de base en acier de composition donnée, le procédé d'élaboration simplifié, assurant d'une part, une qualité inclusionnaire qui réduit les casses en tréfilage, et d'autre part, des propriétés mécaniques améliorées.

L'invention a pour objet un procédé d'élaboration d'un fil tréfilé à partir du tréfilage d'un fil de base en acier inoxydable de composition pondérale suivante:

- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$
- azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,

le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$

- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,
- $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
- $9\% < \text{nickel} \leq 12\%$,
- $15\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$
- $1,5\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$
- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
- phosphore $< 0,050\%$
- $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
- magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- $0,1 \cdot 10^{-4} \% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
- des impuretés inhérentes à la fabrication,

acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:

- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$

EP 0 859 064 A1

- la composition satisfaisant les relations suivantes:

Si Mn < 2%;

$IM = 551 - 462 * (C\% + N\%) - 9,2 * Si\% - 8,1 * Mn\% - 13,7 * Cr\% - 29 * (Ni\% + Cu\%) - 18,5 * Mo\%$, avec

- $150^{\circ}C < IM < -55^{\circ}C$, et,

Si Mn \geq 2% ;

$JM = 551 - 462 * (C\% + N\%) - 9,2 * Si\% - 20 * Mn\% - 13,7 * Cr\% - 29 * (Ni\% + Cu\%) - 18,5 * Mo\%$, avec

- $120^{\circ}C < JM < -55^{\circ}C$,

le fil de base étant soumis à un tréfilage satisfaisant les conditions de tréfilage suivantes:

- un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 6,
- un maintien du fil, pendant le tréfilage et entre les opérations de tréfilage, à une température inférieure à 650°C et de préférence inférieure à 600°C, sans recuit entre les passes de tréfilage.

Les autres caractéristiques de l'invention sont:

avant l'opération de tréfilage, le fil de base initial est soumis à un recuit dit hypertrempe à une température supérieure à 650°C.

- la composition comprend moins de $5 \cdot 10^{-3}\%$ de soufre.
- la composition comprend de 3% à 4% de cuivre.
- la composition comprend en outre moins de 3% de molybdène.
- on tréfile un fil de diamètre inférieur à 0,2 mm.
- on tréfile avec un taux de déformation ϵ supérieur à 6,6.
- avant ou entre les opérations de tréfilage, le fil subit, en outre, une opération de laitonnage.
- le fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm, contient moins de 5 inclusions d'oxyde de plus de 10 μ m d'épaisseur pour une surface de 1000 mm².
- le fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm, contient moins de 10 inclusions de sulfure de plus de 5 μ m d'épaisseur pour une surface de 1000 mm².

L'invention concerne également l'acier inoxydable utilisé dans le procédé.

L'invention concerne aussi l'application du fil obtenu par le procédé dans le domaine du renfort de pneumatique.

La description qui suit et les figures annexées, le tout donné à titre d'exemple non limitatif fera bien comprendre l'invention.

La figure 1 présente le taux de déformation cumulé ϵ qu'il est possible d'atteindre par tréfilage industriel sans recuit entre les opérations de tréfilage, en fonction de l'indice IM défini par la relation satisfaisant la composition, pour des alliages contenant moins de 2% de manganèse.

La figure 2 présente la teneur en martensite après tréfilage du diamètre 5,5 mm aux diamètres 0,18 mm, sans recuit intermédiaire, de fils recuits de différentes compositions, en fonction de l'indice JM.

La figure 3 présente la charge à la rupture après tréfilage de 5,5 mm à 0,18 mm sans recuit intermédiaire, en fonction de l'indice JM.

L'invention concerne un procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm par du tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil préalablement tréfilé de base.

Le tréfilage d'un fil inoxydable de renfort dont le diamètre varie entre 0,1 et 0,3 mm, doit satisfaire une tenue en service du point de vue fatigue en flexion ou en traction ou en torsion ainsi qu'une tenue à un environnement humide ou en sollicitation combinée environnement humide et fatigue.

Le fil fin est réalisé par tréfilage à partir d'un fil machine ou d'un fil préalablement tréfilé d'acier. Du fait de la composition de l'acier, après tréfilage en direct sans recuit intermédiaire, le fil tréfilé final présente des propriétés améliorées de résistance en traction et une ductilité résiduelle suffisante pour sa mise en assemblage, par exemple, sous la forme de nappes, de câbles.

Selon l'invention le tréfilage est réalisé avec un acier inoxydable de composition pondérale suivante:

- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$
- azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,

EP 0 859 064 A1

le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$

- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,
- $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
- 5 - $9\% < \text{nickel} \leq 12\%$,
- $15\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$
- $1,5\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$
- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
- phosphore $< 0,050\%$
- 10 - $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
- magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- $0,1 \cdot 10^{-4} \% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
- 15 - des impuretés inhérentes à la fabrication,

acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:

- 20 - $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- 25 - $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$.

Cet acier dont l'austénite se transforme partiellement en martensite par déformation au voisinage de la température ambiante et comportant des inclusions contrôlées, permet d'obtenir, par tréfilage, une capacité de déformation cumulée ϵ sans recuit intermédiaire supérieur à 6,84. On entend par déformation cumulée par tréfilage ϵ , la valeur du logarithme népérien du rapport des sections initiale et finale. ($\epsilon = \text{Log} [\text{So} / \text{Sf}]$)

Selon l'invention la composition satisfait les relations suivantes:

Si $\text{Mn} < 2\%$;

$\text{IM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 8,1 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec

- $150^\circ\text{C} < \text{IM} < -55^\circ\text{C}$, et,

Si $\text{Mn} \geq 2\%$;

$\text{JM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 20 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec

- $120^\circ\text{C} < \text{JM} < -55^\circ\text{C}$.

Cette condition de composition est destinée à assurer la capacité de fortes réductions par tréfilage et un durcissement par écrouissage adéquat.

le fil de base est soumis à un tréfilage satisfaisant les conditions de tréfilage suivantes:

- un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 6,
- un maintien du fil, pendant le tréfilage et entre les opérations de tréfilage, à une température inférieure à 650°C et de préférence inférieure à 600°C , sans recuit entre les passes de tréfilage.

Sans recuit signifie qu'aucun réchauffage du fil à plus de 650°C n'est appliqué entre le début et la fin des opérations de tréfilage. Un recuit à plus de 650°C aurait pour effet de convertir la martensite en austénite et d'éliminer l'écrouissage par recristallisation.

Le tréfilage du fil est réalisé de préférence sur une machine multipasses, le fil étant d'une part, lubrifié au savon ou au lubrifiant liquide, et d'autre part, contrôlé en température entre 20°C et 180°C .

Le fil peut également être laitonné avant ou pendant les opérations de tréfilage. La couche de laiton améliore la capacité de tréfilage et l'adhésion du fil avec les élastomères des pneumatiques.

Du point de vue métallurgique, il est connu que certains éléments d'alliage entrant dans la composition des aciers

EP 0 859 064 A1

favorisent l'apparition de la phase ferrite de structure métallographique de type cubique centré. Ces éléments sont dit alpha-gènes. Parmi ceux-ci figurent le chrome, le molybdène, le silicium.

D'autres éléments dits gamma-gènes favorisent l'apparition de la phase austénite de structure métallographique de type cubique à faces centrées. Parmi ces éléments figurent le carbone, l'azote, le manganèse, le cuivre, le nickel.

Il a été remarqué que les compositions formant une quantité excessive de martensite au tréfilage deviennent fragiles et cassantes au tréfilage. Cette quantité limite de martensite est fonction de la teneur totale en carbone et en azote de l'acier et est de l'ordre de 90% pour une teneur totale en carbone et azote inférieure à 0,030%, de 70% pour une teneur totale en carbone et azote inférieure ou égale à 0,050%, et de 30% pour une teneur totale en carbone et azote comprise entre 0,050% et 0,1%.

Selon l'invention, l'acier comporte une teneur en carbone et azote inférieure ou égale à 0,050%, les conditions de tréfilage satisfaisant la relation suivante :

Si $Mn < 2\%$;

$IM = 551 - 462 * (C\% + N\%) - 9,2 * Si\% - 8,1 * Mn\% - 13,7 * Cr\% - 29 * (Ni\% + Cu\%) - 18,5 * Mo\%$, avec

- $150^{\circ}C < IM < -55^{\circ}C$, et,

Si $Mn \geq 2\%$;

$JM = 551 - 462 * (C\% + N\%) - 9,2 * Si\% - 20 * Mn\% - 13,7 * Cr\% - 29 * (Ni\% + Cu\%) - 18,5 * Mo\%$, avec

- $120^{\circ}C < JM < -55^{\circ}C$.

On a également remarqué que les compositions ayant un indice IM supérieur à la valeur déterminée ci-dessus et une teneur totale en carbone et azote de l'ordre de 0,040% deviennent cassantes avant d'atteindre le tréfilage au diamètre final.

De la même manière, la présence en quantité excessive de silicium, c'est à dire en quantité supérieure à 1%, a pour effet de fragiliser le fil à l'état écroui par tréfilage en présence d'une quantité importante de martensite.

La composition de l'acier inoxydable selon l'invention, contenant plus de 9% de nickel, plus de 1,5% de cuivre, plus de 15% de chrome, une teneur totale en carbone et azote inférieure à 0,050%, une teneur en Mn inférieure à 2% avec un indice IM inférieur à $-55^{\circ}C$ ou une teneur en Mn supérieure ou égale à 2% avec un indice JM inférieur à $-55^{\circ}C$, peut être tréfilée jusqu'au diamètre final avec un taux de casse réduit, le fil conservant des caractéristiques mécaniques qui permettent son usage dans le domaine du renfort des pneumatiques.

Lorsque la teneur en Mn est inférieure à 2%, l'indice IM doit être compris dans l'intervalle $-150^{\circ}C$ et $-55^{\circ}C$. En effet, si IM est inférieur à $-150^{\circ}C$, la quantité de martensite formée reste faible, par exemple inférieure à 10%, et la charge à la rupture ne peut atteindre des valeurs élevées supérieures à 2200 MPa, même après tréfilage avec une déformation cumulée ϵ voisin de 8. De la même manière, lorsque la teneur en Mn est supérieure ou égale à 2%, l'indice JM doit être compris entre $-120^{\circ}C$ et $-55^{\circ}C$. Lorsque JM est inférieur à $-120^{\circ}C$, la quantité de martensite est inférieure à 25% et la charge à la rupture ne peut dépasser 2200 MPa même après une réduction cumulée de l'ordre de 8.

Cette remarque justifie la limite de la teneur en chrome à moins de 20% et celle du total de cuivre et de nickel à moins de 16%.

Une teneur en cuivre supérieure à 4% génère des ségrégations à la solidification et des ruptures ou défauts lors du laminage à chaud.

Le procédé appliqué au tréfilage de l'acier inoxydable selon l'invention permet d'obtenir un fil comportant une excellente tenue en fatigue mesurée par flexion rotative avec une contrainte d'endurance à $2 \cdot 10^6$ cycles supérieure à 1000 MPa.

Le fil obtenu contient moins de 75% d'austénite ou plus de 25% de martensite. L'acier utilisé est à austénite légèrement instable avec une teneur totale en carbone et azote inférieure à 0,050%.

Pour obtenir une résistance à la rupture d'environ 2400 MPa il est nécessaire d'avoir un fil de base de grande qualité inclusionnaire.

En effet, dans le domaine du tréfilage, il est connu que pour obtenir un fil de diamètre inférieur à 0,3 mm, dit fin, à partir du tréfilage d'un fil machine ou d'un fil préalablement tréfilé de base, l'acier inoxydable utilisé ne doit pas comporter d'inclusion dont la taille génère la casse de fil lors du tréfilage.

Dans l'élaboration des aciers inoxydables austénitiques, comme pour tous les autres aciers élaborés avec des moyens conventionnels et économiquement adaptés à la production de masse, la présence d'inclusions de type sulfures ou oxydes est systématique et irrémédiable. En effet, les aciers inoxydables peuvent, à l'état liquide, contenir en solution, du fait des procédés d'élaboration, des teneurs en oxygène et en soufre inférieures à $1000 \cdot 10^{-4}\%$. Au cours du refroidissement de l'acier à l'état liquide ou solide, la solubilité des éléments oxygène et soufre diminue et l'énergie de formation des oxydes ou des sulfures est atteinte. On assiste alors à l'apparition d'inclusions formées d'une part,

de composés de type oxydes contenant des atomes d'oxygène et des éléments d'alliage avides de réagir avec l'oxygène tels que calcium, magnésium, aluminium, silicium, manganèse, chrome, et d'autre part, de composés de type sulfures contenant des atomes de soufre et des éléments d'alliage avides de réagir avec le soufre tels que manganèse, chrome, calcium, magnésium. Il peut apparaître également des inclusions qui sont des composés mixtes de type oxysulfure.

Il est possible de réduire la quantité d'oxygène contenu dans l'acier inoxydable en utilisant des réducteurs puissants tels que magnésium, aluminium, calcium, titane ou une combinaison de plusieurs d'entre eux mais ces réducteurs conduisent tous à la création d'inclusions riches en MgO, Al₂O₃, CaO ou TiO₂ qui sont sous la forme de réfractaires cristallisés, durs et indéformables dans les conditions de laminage de l'acier inoxydable. La présence de ces inclusions génère des incidents de tréfilage et des casses de fatigue sur les produits élaborés avec l'acier inoxydable.

Selon l'invention la réalisation d'un acier inoxydable ayant une propreté inclusionnaire sélectionnée, permet la réalisation de fil machine ou de fil pré tréfilé de base, fil utilisé selon l'invention pour le tréfilage de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm ou la réalisation de pièces soumises à la fatigue.

L'invention concerne un acier inoxydable qui comporte des inclusions d'oxydes sous forme de mélange vitreux, et dont les proportions pondérales sont les suivantes:

- 30% ≤ SiO₂ ≤ 65%
- 5% ≤ MnO ≤ 40%
- 1% ≤ CaO ≤ 30%
- 0% ≤ MgO ≤ 10%
- 3% ≤ Al₂O₃ ≤ 25%
- 0% ≤ Cr₂O₃ ≤ 10%

Dans un exemple d'application de l'invention, un acier A selon l'invention contient dans sa composition pondérale 19.10⁻³% de carbone, 23.10⁻³% d'azote, 0,53% de silicium, 0,72% de manganèse, 17,3% de chrome, 9,3% de nickel, 3,1% de cuivre, 0,055% de molybdène, 4.10⁻³% de soufre, 22.10⁻³% de phosphore, 72.10⁻⁴% d'oxygène total, 5.10⁻⁴% d'aluminium total, 2.10⁻⁴% de magnésium, 2.10⁻⁴% de calcium, 11.10⁻⁴% de titane. Son indice de stabilité IM est de -77°C. L'acier est élaboré au four électrique puis au convertisseur AOD, et coulé en continu en section de 205 mm par 205 mm puis laminé à chaud en fil de 5,5 mm de diamètre.

A ce stade du procédé, l'acier A a fait l'objet d'un examen métallographique par coupe en sens longitudinal, qui a révélé la présence, sur une surface de 1000 mm², de 8 inclusions d'épaisseur comprise entre 5 et 10 μm et d'une inclusion de 12 μm.

Après recuit de recristallisation à 1050°C en couronne et refroidissement à l'eau, le fil est décapé puis tréfilé sans recuit intermédiaire jusqu'au diamètre de 0,18 mm successivement sur plusieurs machines multipasses. La charge à la rupture du fil tréfilé est alors de 2650 MPa et le fil présente une striction après traction.

Il a été constaté que des fils de base d'un diamètre de 5,5 mm, de composition B et C présentées dans le tableau 1 ci-après, ne pouvaient être tréfilés sans ruptures excessives et fragilisation, la fragilisation se traduisant par une absence de striction en traction.

TABLEAU 1

Composition des aciers en % pondéral.

Acier	C	N	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Mo	S	P	O	Al	Mg	Ca	Ti
A	0,019	0,023	0,53	0,72	9,3	17,3	3,1	0,055	0,004	0,022	72	5	2	2	11
B	0,036	0,022	0,37	1,22	9,4	18,4	0,22	0,25	0,003	0,023	26	43	5	9	17
C	0,011	0,027	0,42	1,83	8,1	17,2	3,2	0,036	0,004	0,025	42	25	3	6	63

Pour le tréfilage de fils avec les compositions B et C, il n'a pu être obtenu respectivement que des fils de diamètres supérieurs ou égaux à 1,0 mm et à 0,4 mm.

Cette constatation est mise en évidence, en terme de déformation cumulée ϵ et d'indice de stabilité IM dans le tableau 2, dans le cas d'un tréfilage en direct à partir d'un fil de base de 5,5 mm, sans recuit au cours du tréfilage, sans casses en nombre élevé.

EP 0 859 064 A1

TABLEAU 2.

Acier	IM °C	Diamètre tréfilé mm	ϵ	Charge à la rupture MPa	% de martensite sur fil tréfilé
A	-77	0,18	6,84	2650	68
B	-26	1,0	3,41	1980	30
C	-49	0,4	5,24	2400	72

L'acier B ne peut pas être utilisé pour tréfiler du fil fin de diamètre inférieur à 0,3 mm en direct depuis un diamètre de 5,5 mm. Son indice de stabilité IM est élevé et de plus sa teneur globale en carbone et azote lui confère un caractère fragile à l'état tréfilé en dessous du diamètre de 1 mm.

L'acier C peut être tréfilé à un diamètre de 0,4 mm à partir d'un fil d'un diamètre de 5,5 mm. Pour des tréfilages plus poussés, il devient fragile avec la présence dans sa composition d'une grande quantité de martensite.

L'acier A selon l'invention peut être tréfilé de 5,5 mm à 0,18 mm sans que le procédé génère une fragilité du fil obtenu. Le fil ainsi réalisé présente une charge à la rupture assurant une utilisation dans le domaine du fil de renfort de pneumatique.

Dans un autre exemple de tréfilage, on a mis en oeuvre des fils recuits de diamètre 5,5 mm, dont les compositions sont reportées dans le tableau 3.

TABLEAU 3.

Acier	C	N	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Mo	S	P
D	0,0110	0,016	0,35	0,54	9,48	17,1	3,16	0,19	0,002	0,027
E	0,0170	0,015	0,34	3,85	9,52	17,5	3,16	0,19	0,003	0,025
F	0,020	0,015	0,34	3,86	10,5	18,9	3,13	0,19	0,001	0,024
G	0,019	0,014	0,36	3,84	8,47	17,1	3,12	0,2	0,003	0,026

Les fils ont été tréfilés en 12 passes successives au savon jusqu'au diamètre de 1 mm, puis en 6 passes au savon au diamètre de 0,48 mm, puis en 9 passes au savon au diamètre de 0,18 mm, le tout sans aucun recuit depuis l'état initial. A ce stade, le produit final a été soumis à des mesures de traction et des mesures de taux de martensite par la méthode d'aimantation à saturation.

Le tableau 4 présente pour chacune des compositions les valeurs des indices IM et JM, ainsi que les charges à rupture Rm et les teneurs en martensite du produit final.

TABLEAU 4.

Acier	IM	JM	Rm(MPa)	Martensite
D	-74	-81	2644	90%
E	-110	-156	1810	4,4%
F	-159	-205	1791	1,2%
G	-73	-119	2072	27%

La figure 2 présente la teneur en martensite des fils de diamètre 0,18 mm en fonction de JM.

La figure 3 présente les charges à la rupture des fils de diamètre 0,18 mm en fonction de JM.

L'indice JM est particulièrement pertinent pour rendre compte de l'évolution des charges à la rupture et des teneurs en martensite.

Des fils dont l'indice JM sera inférieur à - 120°C présenteront après tréfilage poussé correspondant à $\epsilon = 6,84$ sans recuit intermédiaire, des charges à la rupture faibles, c'est à dire inférieures à 2200 Mpa.

Des fils dont l'indice JM sera supérieur à - 55°C présenteront, pour des taux de réfilage ϵ supérieur à 6, sans recuit intermédiaire, plus de 90% de martensite et un comportement fragile.

Dans un troisième exemple d'application, on a mis en oeuvre un fil recuit de diamètre initial de 5,5 mm de l'acier

EP 0 859 064 A1

D dont la composition est présentée sur le tableau 3.

Les fils ont été tréfilés en 12 passes, au savon, au diamètre 1mm, sans recuit intermédiaire. On a pratiqué sur ce fil de diamètre 1mm divers traitements à des températures comprises entre 500°C et 700°C, pendant des durées totales de 2,5 secondes à 10 secondes. De tels traitements peuvent être rendus nécessaires après dépôts électrolytiques de couches minces de cuivre ou de zinc pour obtenir par diffusion une couche homogène de laiton, couramment utilisé comme couche d'accrochage du caoutchouc dans la fabrication de pneumatiques.

On a ensuite mesuré les teneurs en martensite des tronçons de fils traités thermiquement et leur charge à la rupture. Les valeurs mesurées sont présentées sur le tableau 5 avec les valeurs du fil de 1 mm de référence non traité.

TABLEAU 5.

Température - traitement °C	durée sec	Rm Mpa	martensite %
Non traité		1780	46
500	2,5		
	5		
	10	1899	48
550	2,5	1847	46
	5	1839	44
	10	1650	39
600	2,5	1677	37
	5	1502	27
	10	1409	18
650	2,5	1378	22
	5	1354	9
	10	1292	3

On observe que, pour des températures inférieures à 550°C, le traitement conserve sensiblement la quantité initiale de martensite et peut provoquer un léger durcissement pour des temps courts. A 600°C, et pour une durée plus courte de 2,5 secondes, une part minoritaire de martensite a disparu et le fil s'est légèrement adouci. Pour une durée de 5 ou 10 secondes à la température de 600°C, l'adoucissement devient plus important. A 650°C, la martensite tend majoritairement à disparaître et l'acier du fil s'adoucit fortement.

De ces exemples, il est conclu que dans le procédé selon l'invention, les fils pourront subir, entre plusieurs opérations de tréfilage, des traitements thermiques à des températures inférieures à 650°C et de préférence, inférieure à 600°C sans provoquer une disparition excessive de martensite ni un adoucissement, ce qui nuirait à l'obtention de très hautes caractéristiques mécaniques à l'état de fil tréfilé ayant subi une déformation totale par tréfilage ϵ supérieure à 6. A l'inverse, tout traitement, même court, à une température supérieure à 650°C adoucit fortement l'acier du fil tréfilé à un stade intermédiaire ou final, ce qui est considéré comme un recuit.

Le carbone, l'azote, le chrome, le nickel, le manganèse, le silicium sont les éléments habituels permettant l'obtention d'un acier inoxydable austénitique.

Les teneurs en manganèse, chrome, soufre, en proportion sont choisies pour générer des sulfures déformables de composition bien déterminée.

Les intervalles de composition des éléments en silicium et manganèse, en proportion, assurent selon l'invention, la présence d'inclusions de type silicate, riches en SiO_2 et contenant une quantité non négligeable de MnO , déformables par laminage à chaud.

Le silicium, est en teneur comprise entre 0,2%, qui correspond à un résiduel dû à l'élaboration et 1%, qui est la teneur au-delà de laquelle il apparaît une fragilisation excessive du fil tréfilé écroui.

Le molybdène peut être ajouté à la composition de l'acier inoxydable pour améliorer la tenue en corrosion.

Le cuivre est ajouté à la composition de l'acier selon l'invention car il améliore les propriétés de déformation à froid et de ce fait, stabilise l'austénite. Cependant la teneur en cuivre est limitée à 4% pour éviter des difficultés de transformation à chaud car le cuivre abaisse sensiblement la limite supérieure de température de réchauffage de l'acier avant laminage.

Les intervalles en oxygène total, aluminium et calcium permettent, selon l'invention, d'obtenir des inclusions de type silicate de manganèse contenant une fraction non nulle de Al_2O_3 et de CaO . Notamment, les teneurs globales en aluminium et en calcium sont chacune supérieures à $0,1 \cdot 10^{-4}\%$ pour que les inclusions recherchées contiennent plus de 1% de CaO et plus de 3% de Al_2O_3 .

Les valeurs des teneurs en oxygène total sont selon l'invention comprises entre $40 \cdot 10^{-4}\%$ et $120 \cdot 10^{-4}\%$.

Pour une teneur en oxygène total inférieure à $50 \cdot 10^{-4}\%$, l'oxygène fixe les éléments magnésium, calcium, aluminium et ne forme pas d'inclusion d'oxydes riches en SiO_2 et MnO .

Pour une teneur en oxygène total supérieure à $120 \cdot 10^{-4}\%$, il y aura dans la composition des oxydes plus de 10% de Cr_2O_3 , ce qui favorise la cristallisation, ce que l'on cherche à éviter.

La teneur en calcium est inférieure à $5 \cdot 10^{-4}\%$ de façon que les inclusions recherchées ne contiennent pas plus de 30% de CaO .

La teneur en aluminium est inférieure à $20 \cdot 10^{-4}\%$ pour éviter que les inclusions recherchées contiennent plus de 25% de Al_2O_3 , ce qui favorise également la cristallisation.

Il est concevable, après avoir réalisé selon un procédé conventionnel et économique, un acier contenant des inclusions de types oxyde et sulfure, de le raffiner pour faire disparaître ces inclusions en utilisant des procédés de refusion lents et peu rentables économiquement tels que les procédés de refusion sous vide (Vacuum Argon Remelting) ou de refusion sous laitier (Electro Slag Remelting).

Ces procédés de refusion ne permettent d'éliminer que partiellement, par décantation dans la flaque de liquide, les inclusions déjà présentes sans modifier leur nature et leur composition.

L'invention concerne un acier inoxydable contenant des inclusions de composition choisie obtenue volontairement, la composition étant en relation avec la composition globale de l'acier, de telle sorte que les propriétés physiques de ces inclusions favorisent leur déformation lors de la transformation à chaud de l'acier.

Selon l'invention, l'acier inoxydable contient des inclusions de composition déterminée qui ont leur point de ramollissement proche de la température de laminage de l'acier et telles que l'apparition de cristaux plus durs que l'acier à la température de laminage comme notamment les composées définies : SiO_2 , sous forme de tridymite, cristobalite, quartz; 3CaO-SiO_2 ; CaO ; MgO ; Cr_2O_3 ; anorthite, mullite, gehlenite, corindon, spinelle du type $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ ou $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3\text{-MnO-MgO}$; $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$; $\text{CaO-6Al}_2\text{O}_3$; $\text{CaO-2Al}_2\text{O}_3$, TiO_2 est inhibée.

Selon l'invention, l'acier contient principalement des inclusions d'oxyde de composition telle que celle-ci forment un mélange vitreux ou amorphe pendant toutes les opérations successives de mise en forme de l'acier. La viscosité des inclusions choisies est suffisante pour que la croissance des particules cristallisées d'oxydes dans les inclusions résultantes de l'invention soit totalement inhibée du fait que, dans une inclusion d'oxyde, la diffusion à courte distance est faible et les déplacements convectifs sont très limités. Ces inclusions restées vitreuses dans le domaine de température des traitements à chaud de l'acier présentent également une dureté et un module d'élasticité plus faibles que des inclusions cristallisées de composition correspondante. Ainsi les inclusions peuvent être encore déformées, écrasées et allongées, lors d'opération de tréfilage et la concentration de contraintes au voisinage des inclusions est fortement diminuée, ce qui atténue de façon importante le risque d'apparition, par exemple, de fissures de fatigue ou des casses au tréfilage.

Selon l'invention, l'acier inoxydable contient des inclusions d'oxydes de composition définie telle que leur viscosité dans le domaine des températures de laminage à chaud de l'acier ne soit pas trop élevée. De ce fait, la contrainte d'écoulement de l'inclusion est nettement plus faible que celle de l'acier dans les conditions de laminage à chaud dont les températures sont généralement comprises entre 800°C et 1350°C . Ainsi les inclusions d'oxydes se déforment en même temps que l'acier lors du laminage à chaud et donc après laminage, ces inclusions sont parfaitement allongées, et d'épaisseur très faible ce qui permet d'éviter tout problème de casse lors d'une opération de tréfilage.

Les inclusions décrites ci-dessus sont selon l'invention, réalisées avec les moyens d'élaboration classiques et très productifs d'une aciérie électrique pour aciers inoxydables tels que four électrique, convertisseur AOD ou VOD, métallurgie en poche et coulée continue.

Les inclusions d'oxydes ci dessous présentant les propriétés favorables décrites sont selon l'invention composées d'un mélange vitreux de SiO_2 , MnO , CaO , Al_2O_3 , MgO et Cr_2O_3 , et éventuellement, de trace de FeO et ou de TiO_2 , dans les proportions pondérales suivantes:

- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$

Si la teneur en SiO_2 est inférieure à 30%, la viscosité des inclusions d'oxydes est trop faible et le mécanisme de croissance de cristaux d'oxyde n'est pas inhibé. Si SiO_2 est supérieur à 65%, il se forme des particules nocives très dures de silice sous forme de tridymite ou de cristobalite ou de quartz.

La teneur en MnO , comprise entre 5% et 40% permet d'abaisser fortement le point de ramollissement du mélange d'oxydes contenant notamment SiO_2 , CaO , Al_2O_3 , et favorise la création d'inclusions qui restent dans un état vitreux dans les conditions de laminage de l'acier selon l'invention.

EP 0 859 064 A1

Pour une teneur en CaO inférieure à 1%, il se forme des cristaux de $MnO-Al_2O_3$ ou de mullite. Lorsque la teneur en CaO est supérieure à 30%, il se forme alors, des cristaux de $CaO-SiO_2$ ou $(Ca,Mn)O-SiO_2$. Pour une teneur en MgO supérieur à 10%, il se forme des cristaux de MgO ; $2MgO-SiO_2$; $MgO-SiO_2$; Al_2O_3-MgO , qui sont des phases extrêmement dures.

5 Si Al_2O_3 est inférieur à 3%, il se forme des cristaux de wollastonite et lorsque Al_2O_3 est supérieur à 25%, apparaissent des cristaux de mullite, d'anorthite, de corindon, de spinelles notamment de type Al_2O_3-MgO ou $Al_2O_3-Cr_2O_3-MgO-MnO$ ou bien encore d'aluminates du type $CaO-6Al_2O_3$ ou $CaO-2Al_2O_3$ ou $CaO-Al_2O_3$, ou de gehlenite.

Avec plus de 10% de Cr_2O_3 apparaissant également des cristaux durs de Cr_2O_3 ou $Al_2O_3-Cr_2O_3-MgO-MnO$, $CaO-Cr_2O_3$, $MgO-Cr_2O_3$.

10 Selon une forme de l'invention la teneur en soufre doit être inférieure à 0,010% pour obtenir des inclusions de sulfure d'épaisseur ne dépassant pas 5 μm sur produit laminé. En effet, les inclusions de type sulfure de manganèse et de chrome sont parfaitement déformables à chaud dans les conditions suivantes:

5% < Cr < 30%

15 30% < Mn < 60 %

35 % < S < 45%

20 Les inclusions de type oxydes et sulfures sont généralement considérées comme néfastes vis à vis des propriétés d'emploi dans le domaine du tréfilage en fil fin et dans le domaine de la tenue en fatigue, notamment, en flexion et/ou en torsion.

Pour une inclusion observée, on définit un facteur de forme qui est le rapport de la longueur sur l'épaisseur. Le facteur de forme des inclusions dans les fils peut atteindre 10 ou 20 et en conséquence, l'épaisseur de l'inclusion est extrêmement faible.

25 Ces inclusions ne présentent pas de nocivité vis à vis des applications. de tréfilage fin en fil de diamètre inférieur à 0,3 mm ou de pièces soumises à la fatigue telles que des ressorts, renfort de pneumatique.

Les caractéristiques inclusionnaires sont matérialisées par le fait de la présence, sur une surface de 1000 mm² échantillonnée à partir de fil machine de diamètre supérieur ou égal à 5 mm de moins de 5 inclusions d'oxydes d'épaisseur de plus de 10 μm . Les inclusions de sulfure sont, en nombre, moins de 10 ayant une épaisseur de plus de 5 μm , pour une surface de 1000 mm².

30 Le procédé selon l'invention à partir d'un acier de composition optimisée pour une déformation à froid et tréfilage en fil fin assure

- une faible tendance à la formation de martensite-formation en quantité suffisante pour durcir l'acier, et en quantité insuffisante pour provoquer une fragilisation du fil après tréfilage,
- 35 - une consolidation très progressive de telle sorte que la résistance à la rupture peut être comprise entre 2200 MPa et 3000 MPa pour un fil tréfilé de 0,18 mm, tréfilé depuis 5,5 mm sans recuit ou pour tout autre tréfilé obtenu avec un taux de réduction cumulé supérieur à 6 sans recuit intermédiaire,
- des inclusions contrôlées qui assurent un tréfilage avec peu de casses.

40 Le fil selon l'invention peut être utilisé, dans son état durci par écrouissage dû au tréfilage, ou bien après traitement thermique de vieillissement entre 300°C et 550°C, qui est susceptible de le durcir encore par précipitation de cuivre epsilon, pour la fabrication, par exemple, de ressorts ou de renforts de pneumatiques.

Il peut aussi subir, au diamètre final, un recuit d'adoucissement et être utilisé pour la confection de divers objets tels que fils tissés ou tricotés, gaines tissées de flexibles, filtres, etc..

45

Revendications

50 1. Procédé d'élaboration d'un fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm par tréfilage d'un fil-machine de base d'un diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil préalablement tréfilé de base d'un acier de composition pondérale suivante:

- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$

- azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,

55

le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$

- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,

EP 0 859 064 A1

- $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
- $9\% < \text{nickel} \leq 12\%$,
- $15\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$
- 5 - $1,5\% < \text{cuivre} < 4\%$
- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
- phosphore $< 0,050\%$
- $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
- 10 - magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- $0,1 \cdot 10^{-4} \% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
- des impuretés inhérentes à la fabrication,

15 acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:

- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- 20 - $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$

25 - la composition satisfaisant les relations suivantes:

Si Mn $< 2\%$;

$\text{IM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 8,1 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$,
avec

30 - $150^\circ\text{C} < \text{IM} < -55^\circ\text{C}$, et,

Si Mn $\geq 2\%$;

$\text{JM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 20 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec

35 - $120^\circ\text{C} < \text{JM} < -55^\circ\text{C}$.

le fil de base étant soumis à un tréfilage satisfaisant les conditions de tréfilage suivantes:

- un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 6,
- 40 - un maintien du fil, pendant le tréfilage et entre les opérations de tréfilage, à une température inférieure à 650°C , et de préférence à une température inférieure à 600°C , sans recuit entre les passes de tréfilage.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition comprend moins de $5 \cdot 10^{-3}\%$ de soufre.

45 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition comprend de 3% à 4% de cuivre.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition comprend en outre moins de 3% de molybdène.

50 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce qu'on tréfile un fil de diamètre final inférieur à 0,2 mm.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce qu'on tréfile avec un taux de déformation cumulé ϵ supérieur à 6,6.

55 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que avant ou entre les opérations de tréfilage, le fil subit, en outre, une opération de laitonnage.

EP 0 859 064 A1

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fil de base d'un diamètre supérieur ou égal à 5 mm, contient moins de 5 inclusions d'oxyde de plus de 10 μm d'épaisseur pour une surface de 1000 mm^2 .

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le fil de base d'un diamètre supérieur ou égal à 5 mm, contient moins de 10 inclusions de sulfure de plus de 5 μm d'épaisseur pour une surface de 1000 mm^2 .

10. Acier inoxydable pour l'élaboration de fil tréfilé, notamment de fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm obtenu par tréfilage d'un fil-machine de diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil tréfilé de base caractérisé en la composition pondérale suivante:

- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$
- azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,

le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$

- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,
- $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
- $9\% < \text{nickel} < 12\%$,
- $15\% \leq \text{chrome} \leq 20\%$
- $1,5\% < \text{cuivre} < 4\%$
- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
- phosphore $< 0,050\%$
- $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
- magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
- des impuretés inhérentes à la fabrication,

- la composition satisfaisant les relations suivantes:

Si Mn $< 2\%$;
 $IM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 8,1 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$,
avec

- $150^\circ\text{C} < IM < -55^\circ\text{C}$ et,

Si Mn $\geq 2\%$;
 $JM = 551 - 462 \cdot (C\% + N\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 20 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec

- $120^\circ\text{C} < JM < -55^\circ\text{C}$,

acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:

- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
- $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
- $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
- $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
- $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
- $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$

11. Acier selon la revendication 10, caractérisé en ce que la composition comprend moins de $5 \cdot 10^{-3}\%$ de soufre.

12. Acier selon la revendication 10, caractérisé en ce que la composition comprend de 3% à 4% de cuivre.

13. Acier selon la revendication 10, caractérisé en ce que la composition comprend en outre moins de 3% de molybdène.

EP 0 859 064 A1

14. Fil d'acier obtenu par le procédé selon les revendications 1 à 9 notamment, fil de renfort de pneumatique de diamètre inférieur à 0,3 mm obtenu par tréfilage d'un fil machine de base de diamètre supérieur à 5 mm ou d'un fil préalablement tréfilé de base caractérisé en la composition pondérale suivante:

- 5
- carbone $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$
 - azote $\leq 40 \cdot 10^{-3}\%$,
- le carbone et azote satisfaisant la relation $C + N \leq 50 \cdot 10^{-3}\%$
- 10
- $0,2\% \leq \text{silicium} \leq 1,0\%$,
 - $0,2\% \leq \text{manganèse} \leq 5\%$,
 - $9\% < \text{nickel} \leq 12\%$,
 - $15\% < \text{chrome} < 20\%$
 - $1,5\% \leq \text{cuivre} \leq 4\%$
- 15
- soufre $\leq 10 \cdot 10^{-3}\%$,
 - phosphore $< 0,050\%$
 - $40 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{oxygène total} \leq 120 \cdot 10^{-4}\%$,
 - $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{aluminium} \leq 20 \cdot 10^{-4}\%$
 - magnésium $\leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
- 20
- $0,1 \cdot 10^{-4}\% \leq \text{calcium} \leq 5 \cdot 10^{-4}\%$
 - titane $\leq 50 \cdot 10^{-4}\%$
 - des impuretés inhérentes à la fabrication,
- 25
- la composition satisfaisant les relations suivantes:
 $\text{Si Mn} < 2\%$;
 $\text{IM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 8,1 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec
- 30
- $150^\circ\text{C} < \text{IM} < -55^\circ\text{C}$, et,
 $\text{Si Mn} \geq 2\%$;
 $\text{JM} = 551 - 462 \cdot (\text{C}\% + \text{N}\%) - 9,2 \cdot \text{Si}\% - 20 \cdot \text{Mn}\% - 13,7 \cdot \text{Cr}\% - 29 \cdot (\text{Ni}\% + \text{Cu}\%) - 18,5 \cdot \text{Mo}\%$, avec
- 35
- $120^\circ\text{C} < \text{JM} < -55^\circ\text{C}$,
- 40
- acier dans lequel les inclusions d'oxydes ont, sous forme de mélange vitreux, les proportions pondérales suivantes:
- $30\% \leq \text{SiO}_2 \leq 65\%$
 - $5\% \leq \text{MnO} \leq 40\%$
 - $1\% \leq \text{CaO} \leq 30\%$
 - $0\% \leq \text{MgO} \leq 10\%$
 - $3\% \leq \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 25\%$
 - $0\% \leq \text{Cr}_2\text{O}_3 \leq 10\%$
- 45
- le fil ayant un diamètre inférieur à 0,3 mm.

15. Fil d'acier selon la revendication 14 caractérisé en ce que sa charge à la rupture est supérieure ou égale à 2200MPa.

50

55

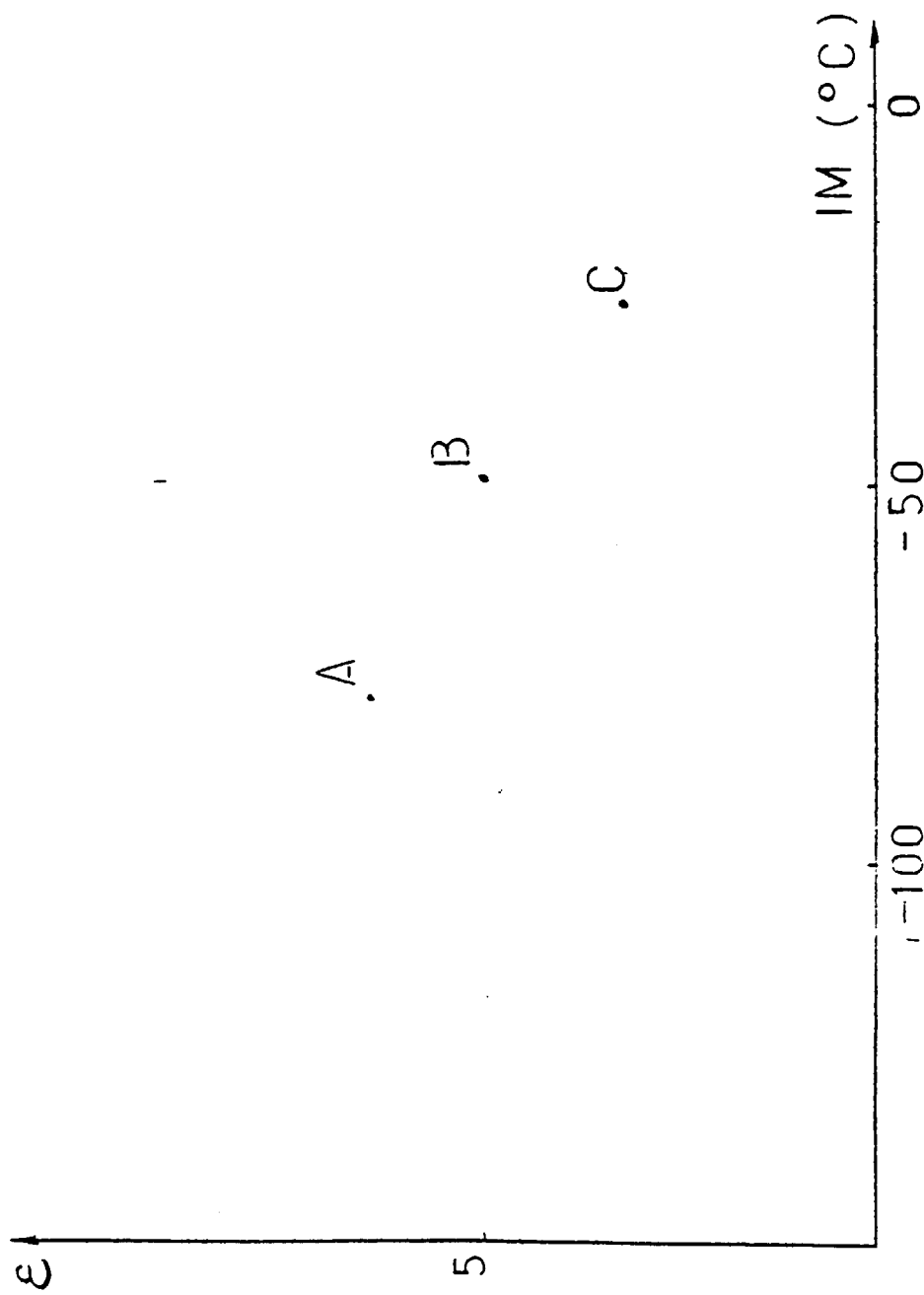


Fig 1

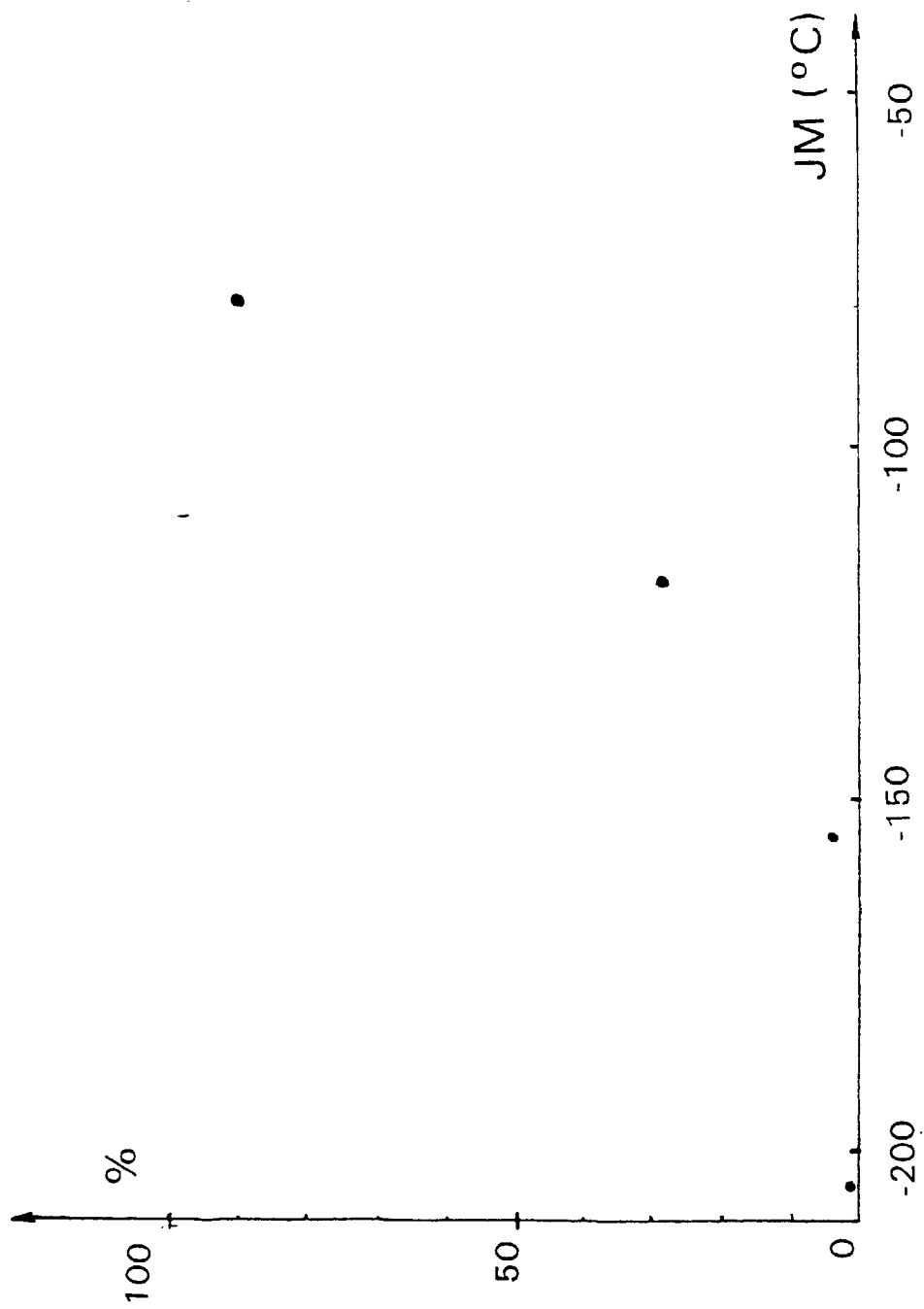


Fig 2

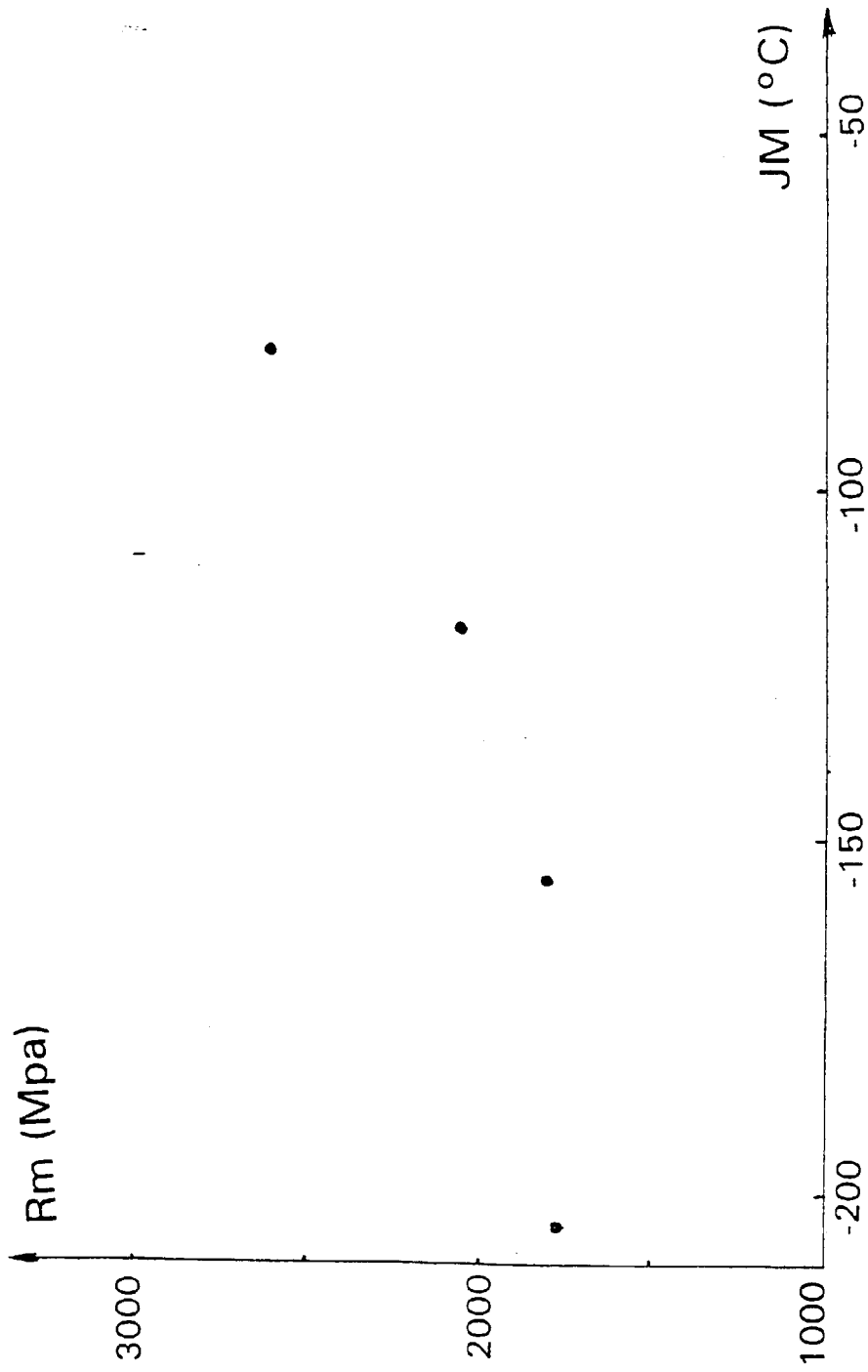


Fig 3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 0241

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)
X	EP 0 738 783 A (UGINE SAVOIE SA) * le document en entier *	1, 11, 15	C21D8/06 C22C38/42
A, D	EP 0 648 891 A (MICHELIN & CIE)		
A	EP 0 567 365 A (UGINE SAVOIE SA)		
A	FR 2 333 864 A (UNION CARBIDE CORP)		
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 116, no. 4, 27 janvier 1992 Columbus, Ohio, US; abstract no. 25456, MURATA, WATARU ET AL: "Austenitic stainless steel of good drawability and cold workability" XP002045843 * abrégé * & JP 03 061 322 A (NIPPON STEEL CORP., JAPAN)		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C21D C22C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		22 avril 1998	Mollet, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			