

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 881 305 A1**

(12)

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:  
02.12.1998 Bulletin 1998/49

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **C21D 6/00**, C21D 8/02  
// B22D11/124

(21) Numéro de dépôt: **98401090.0**

(22) Date de dépôt: **06.05.1998**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorité: **29.05.1997 FR 9706576**

(71) Demandeur: **USINOR**  
**92800 Puteaux (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Paradis, Philippe**  
**73460 Gresy sur Isere (FR)**

• **Martin, Philippe**  
**62120 Aire sur la Lys (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) **Procédé de fabrication de bandes minces d'acier inoxydable ferritique, et bandes minces ainsi obtenues**

(57) L'invention a pour objet un procédé de fabrication de bandes d'acier inoxydable ferritique, selon lequel, directement à partir de métal liquide, on solidifie entre deux cylindres rapprochés à axes horizontaux, refroidis intérieurement et tournant en sens contraires, une bande d'un acier inoxydable ferritique du type contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisé en ce qu'on refroidit ou laisse se refroidir ensuite ladite bande en évitant de la faire séjourner dans le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures, en ce qu'on effectue le bobinage de ladite bande à une température comprise entre 600°C et la température de transformation martensitique Ms, en ce qu'on laisse la bande bobinée se refroidir à une vitesse maximale de 300°C/h jusqu'à une température comprise entre 200°C et la température ambiante, et en ce qu'on procède ensuite à un recuit vase clos de ladite bande.

L'invention a également pour objet une bande d'acier inoxydable ferritique du type contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisée en ce qu'elle est susceptible d'être obtenue par le procédé précédent.



Fig. 3

EP 0 881 305 A1

## Description

L'invention concerne la métallurgie des aciers inoxydables. Plus particulièrement, elle concerne la coulée d'aciers inoxydables ferritiques directement à partir de métal liquide sous forme de bandes de quelques mm d'épaisseur.

5 Depuis plusieurs années, des recherches sont conduites sur la coulée de bandes d'acier de quelques mm d'épaisseur (10 mm au maximum), directement à partir de métal liquide, sur des installations dites de "coulée continue entre cylindres". Ces installations comprennent principalement deux cylindres à axes horizontaux, disposés côte à côte, ayant chacun une surface externe bonne conductrice de la chaleur énergiquement refroidie intérieurement, et définissant entre eux un espace de coulée dont la largeur minimale correspond à l'épaisseur des bandes que l'on désire couler. Cet espace de coulée est obturé latéralement par deux parois en réfractaire appliquées contre les extrémités des cylindres. Les cylindres sont entraînés en rotation en sens contraires et l'espace de coulée est alimenté en acier liquide. Des "peaux" d'acier se solidifient contre les surfaces des cylindres et se rejoignent au "col", c'est-à-dire au niveau où la distance entre les cylindres est minimale, pour former une bande solidifiée que l'on extrait en continu de l'installation. Cette bande se refroidit ensuite de manière naturelle ou forcée, avant d'être bobinée. L'objectif de ces recherches est de parvenir à couler par ce procédé des bandes d'acier de diverses nuances, notamment d'aciers inoxydables.

15 Dans les conditions de coulée les plus courantes, où la bande sortant des cylindres se refroidit naturellement à l'air libre, le bobinage de la bande intervient le plus souvent à une température de l'ordre de 700 à 900°C, selon son épaisseur et la vitesse de coulée. La température de bobinage dépend aussi, bien entendu, de la distance entre les cylindres et la bobineuse. On laisse ensuite la bande bobinée se refroidir naturellement, avant de lui faire subir des traitements métallurgiques comparables à ceux pratiqués habituellement sur les bandes laminées à chaud élaborées à partir de brames de coulée continue classique.

L'application de ce procédé de coulée aux aciers inoxydables ferritiques du type standard AISI 430, qui contiennent typiquement 17% de chrome, a montré que les bandes ainsi obtenues présentaient une mauvaise ductilité. En conséquence, les bandes les plus minces (dont l'épaisseur est de l'ordre de 2 à 3,5 mm) sont excessivement fragiles et ne supportent pas les manutentions ultérieures, effectuées à température ambiante, telles que le débobinage et le cisailage des rives : pendant ces opérations, on constate l'apparition de fissures sur les rives des bandes, voire de casses de la bande lors du débobinage.

On explique habituellement cette mauvaise ductilité par plusieurs facteurs :

- 30 - la bande brute de coulée présente essentiellement une structure colonnaire à gros grains ferritiques (la taille moyenne du grain est supérieure à 300  $\mu\text{m}$  dans l'épaisseur de la bande), qui est une conséquence directe de la succession d'une solidification rapide sur les cylindres et d'un séjour de la bande à haute température après qu'elle a quitté les cylindres, lorsqu'elle ne subit pas de refroidissement forcé :
- les grains ferritiques présentent une dureté élevée, due à leur sursaturation en éléments interstitiels (carbone et azote) ;
- 35 - la présence de martensite issue de la trempe de l'austénite présente à haute température.

Pour y remédier, on a imaginé d'effectuer sur les bobines, postérieurement à leur refroidissement, un recuit vase clos à une température inférieure à la température (dite  $A_{c1}$ ) de transformation de la ferrite en austénite lors du réchauffage. Classiquement, ce recuit est effectué à environ 800°C pendant au moins 4 heures. On vise ainsi à précipiter des carbures à partir de la matrice ferritique, à transformer la martensite en ferrite et en carbures, et à coalescer les carbures de chrome, afin d'adoucir le métal. Ce traitement doit permettre une amélioration des caractéristiques mécaniques et de la ductilité, malgré la conservation de la structure colonnaire à gros grains ferritiques. Cependant les essais effectués à l'échelle industrielle ont montré que cette méthode était insuffisante pour obtenir une bande d'une ductilité convenable.

On explique cette fragilité persistante de la bande après le recuit vase clos par le fait que la bande brute de coulée, une fois bobinée, ne subit qu'un refroidissement très lent puisque ses deux faces sont en contact avec du métal chaud, et que seules ses tranches sont au contact de l'air ambiant et sont libres de rayonner. Ce refroidissement très lent conduit à une précipitation abondante de carbures à partir de la ferrite et à la transformation d'une partie de l'austénite en ferrite et en carbures, alors que le reste de l'austénite forme de la martensite au refroidissement. Le recuit vase clos permet d'achever la décomposition de la martensite en ferrite et carbures, mais il contribue surtout à la coalescence de gros carbures sous forme de films continus. La fragilité du métal est, précisément, attribuée à ces gros carbures dont la taille est de l'ordre de 1 à 5  $\mu\text{m}$ . Ils constituent des sites d'amorçage pour les ruptures qui se propagent par clivage dans la matrice ferritique environnante : leur effet néfaste s'ajoute à celui de la structure colonnaire à gros grains.

En conséquence, diverses tentatives ont été effectuées pour mettre au point un procédé de coulée entre cylindres de bandes minces d'acier inoxydable ferritique présentant une bonne ductilité. Elles visaient à modifier la nature des précipités formés au cours du refroidissement de la bande, ou à "casser" la structure brute de coulée à gros grains ferritiques.

A cet égard, on peut citer le document JP-A-62247029, qui préconise un refroidissement en ligne à une vitesse supérieure ou égale à 300°C/s entre 1200 et 1000°C, suivi par le bobinage qui est effectué entre 1000 et 700°C.

Le document JP-A-5293595 recommande d'effectuer le bobinage à une température de 700 à 200°C, tout en conférant à l'acier de faibles teneurs en carbone et azote (0,030% ou moins) et une teneur en niobium de 0,1 à 1% agissant comme stabilisant.

D'autres documents proposent d'effectuer un laminage à chaud en ligne, qui vient s'ajouter aux contraintes analytiques précédentes sur le carbone et l'azote, et peut aussi se conjuguer à une stabilisation au niobium ou à l'azote (voir les documents JP-A-2232317, JP-A-6220545, JP-A-8283845, JP-A-8295943).

On peut également citer le document EP-A-0638653, qui propose, pour un acier à 13-25% de chrome, d'imposer un total des teneurs en niobium, titane, aluminium et vanadium de 0,05 à 1,0%, des teneurs en carbone et azote de 0,030% au maximum et une teneur en molybdène de 0,3 à 3%. La composition pondérale de l'acier doit, de plus, satisfaire la condition " $\gamma_p \leq 0\%$ ".  $\gamma_p$  est un critère représentatif de la quantité d'austénite formée à la précipitation. On le calcule par la formule :

$$\gamma_p = 420 \times \%C + 470 \times \%N + 23 \times \%Ni + 9 \times \%Cu + 7 \times \%Mn - 11,5 \times \%Cr - 11,5 \times \%Si - 12 \times \%Mo - 23 \times \%V - 47 \times \%Nb - 49 \times \%Ti - 52 \times \%Al + 189.$$

De plus, il est nécessaire d'effectuer un laminage à chaud de la bande dans la plage de températures 1150-900°C avec un taux de réduction de 5 à 50%, puis de la refroidir à une vitesse inférieure ou égale à 20°C/s ou de la maintenir dans le domaine de températures 1150-950°C pendant au moins 5 s, et enfin de la bobiner à une température inférieure ou égale à 700°C.

Pour mettre en oeuvre toutes ces méthodes, il faut donc combiner :

- des élaborations coûteuses et difficiles du métal liquide destiné à la coulée de la bande, si on veut obtenir les basses teneurs en carbone et azote nécessaires, voire le cas échéant les teneurs souhaitées en éléments stabilisants ;
- des traitements thermiques et thermomécaniques effectués sur la ligne de coulée au moyen d'installations lourdes (laminoir à chaud en ligne) ;
- et la réalisation de cycles thermiques complexes nécessitant également des installations spécialement adaptées pour obtenir les vitesses de refroidissement élevées ou les temps de maintien à haute température nécessaires.

Le but de l'invention est de proposer un mode de production économique de bandes minces d'acier inoxydable ferritique de types AISI 430 et apparentés par coulée entre cylindres, qui procure auxdites bandes une ductilité suffisante pour permettre aux opérations de débobinage, de cisailage des rives et de transformation à froid (décapage, laminage...) de se dérouler sans que surviennent des incidents tels que des casses de bande ou l'apparition de fissures en rives. Afin que l'objectif économique soit atteint, ce procédé ne devrait pas comporter d'étapes nécessitant l'ajout d'installations complexes à une machine de coulée entre cylindres standard. Il ne devrait pas, non plus, rendre nécessaire l'exécution d'une élaboration du métal liquide visant à l'obtention de très basses teneurs en éléments tels que le carbone et l'azote, ainsi que l'addition d'éléments d'alliages coûteux.

L'invention a pour objet un procédé de fabrication de bandes d'acier inoxydable ferritique, selon lequel, directement à partir de métal liquide, on solidifie entre deux cylindres rapprochés à axes horizontaux, refroidis intérieurement et tournant en sens contraires, une bande d'un acier inoxydable ferritique du type contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisé en ce qu'on refroidit ou laisse se refroidir ensuite ladite bande en évitant de la faire séjourner dans le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures, en ce qu'on effectue le bobinage de ladite bande à une température comprise entre 600°C et la température de transformation martensitique  $M_s$ , en ce qu'on laisse la bande bobinée se refroidir à une vitesse maximale de 300°C/h jusqu'à une température comprise entre 200°C et la température ambiante, et en ce qu'on procède ensuite à un recuit vase clos de ladite bande.

L'invention a également pour objet une bande d'acier inoxydable ferritique du type contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisée en ce qu'elle est susceptible d'être obtenue par le procédé précédent.

Comme on l'aura compris, l'invention consiste, en partant d'une bande d'acier inoxydable ferritique de composition standard coulée entre cylindres, à refroidir et à bobiner ladite bande dans des conditions particulières, avant de lui faire subir un recuit vase clos. Ce traitement vise essentiellement à limiter autant que possible la formation de gros carbures fragilisants. Pour cela, il faut limiter la précipitation des carbures et favoriser la transformation de l'austénite en martensite au stade brut de coulée, en évitant toutefois que cette transformation en martensite ne se produise lorsque la bande n'est pas encore bobinée.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, faisant référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui situe sur un diagramme montrant les courbes de transformation au refroidissement de la nuance AISI 430 quatre exemples A, B, C, D de chemins thermiques suivis par la bande après sa sortie des cylindres de coulée, dont deux exemples C, D où elle subit un traitement selon l'invention ;
- la figure 2 qui montre un cliché en microscopie électronique en transmission sur lame mince d'une bande ayant suivi le chemin thermique A de la figure 1, puis un recuit vase clos ;
- la figure 3 qui montre un cliché en microscopie électronique en transmission sur lame mince d'une bande ayant, selon l'invention, suivi un chemin thermique intermédiaire entre les chemins C et D de la figure 1, puis un recuit vase clos.

Dans la suite de cette description, on raisonnera sur des aciers dont la composition satisfait aux critères habituels de la norme AISI 430 sur les aciers inoxydables ferritiques standard, donc contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome. Mais il va de soi que le domaine d'application de l'invention peut être étendu à des aciers contenant, de plus, des éléments d'alliage non forcément exigés par les standards habituels (par exemple des stabilisants tels que du titane, du niobium, du vanadium, de l'aluminium, du molybdène), dans la mesure où leurs teneurs ne seraient pas élevées au point de contrarier les processus métallurgiques qui seront décrits et sur lesquels l'invention est fondée. En particulier, la présence de ces éléments d'alliage ne devrait pas modifier l'allure des courbes de transformation de l'exemple de la figure 1 au point que les chemins thermiques que la bande doit suivre, selon l'invention, ne seraient plus accessibles sur une installation de coulée entre cylindres.

Les aciers qui ont fait l'objet des essais dont les résultats seront décrits et commentés en relation avec les figures 1 à 3 avaient la composition suivante, exprimée en pourcentages pondéraux :

- carbone : 0,043% ;
- silicium : 0,24% ;
- soufre : 0,001% ;
- phosphore : 0,023% ;
- manganèse : 0,41% ;
- chrome : 16,36% ;
- nickel : 0,22% ;
- molybdène : 0,043% ;
- titane : 0,002% ;
- niobium : 0,004% ;
- cuivre : 0,042% ;
- aluminium : 0,002% ;
- vanadium : 0,064% ;
- azote : 0,033% ;
- oxygène : 0,0057% ;
- bore : moins de 0,001% ;

soit un total carbone + azote de 0,076% (ce qui est tout à fait habituel sur de telles nuances), un critère  $\gamma_p$ , calculé selon la formule habituelle citée plus haut, égal à 37,6% (ce qui n'est pas particulièrement bas, du fait notamment des relativement faibles teneurs en vanadium, molybdène, titane et niobium, et une température Ac1 de transformation de la ferrite en austénite lors du réchauffage de 851°C. Cette dernière température est calculée au moyen de la formule classique :

$$Ac1 = 35 \times \%Cr + 60 \times \%Mo + 73 \times \%Si + 170 \times \%Nb + 290 \times \%V + 620 \times \%Ti + 750 \times \%Al + 1400 \times \%B - 250 \times \%C - 280 \times \%N - 115 \times \%Ni - 66 \times \%Mn - 18 \times \%Cu + 310$$

Comme on l'a exposé précédemment, lorsqu'une telle bande brute de coulée est bobinée vers 700-900°C sans avoir été refroidie de manière forcée, puis est laissée se refroidir naturellement en bobine avant de subir un recuit vase clos, les performances de ductilité de la bande après ce recuit ne sont pas satisfaisantes. La raison en est que le refroidissement lent dans la bobine implique un passage du métal dans le domaine de précipitation des carbures de chrome de type  $Cr_{23}C_6$  à partir de la ferrite (précipitation qui se produit aux joints ferritiques et aux interfaces ferrite-austénite), et surtout dans le domaine de décomposition de l'austénite en ferrite et carbures de chrome de type  $Cr_{23}C_6$ . Ce méca-

nisme favorise la croissance de gros carbures fragilisants, et le recuit vase clos qui suit accentue la coalescence de gros carbures sous forme de films continus. Les courbes de transformation de la figure 1, valables pour la nuance AISI 430 considérée, illustrent ce phénomène.

Sur cette figure 1, on a reporté notamment la température  $Ac_5$  représentative de la fin de la transformation de la ferrite  $\alpha$  en austénite  $\gamma$  au réchauffage, la température  $Ac_1$  de début de cette même transformation, et les températures  $Ms$  et  $Mf$  de début et de fin de la transformation de l'austénite  $\gamma$  en martensite  $\alpha'$  au refroidissement. On a aussi reporté la courbe 1 qui délimite la gamme de température où a lieu la précipitation de carbures de chrome de type  $Cr_{23}C_6$  aux joints ferritiques et aux interfaces ferrite-austénite, ainsi que la courbe 2 qui délimite la zone de début de transformation de l'austénite en ferrite et carbures de chrome. Sont également reportés quatre exemples A, B, C, D de traitements thermiques que l'on fait subir à la bande coulée après sa sortie des cylindres, dont deux (C et D) sont représentatifs de l'invention.

Le traitement A consiste, conformément à l'art antérieur précédemment exposé, à laisser la bande se refroidir naturellement à l'air libre après sa sortie des cylindres de coulée, et à procéder à son bobinage à environ  $800^\circ C$ , alors qu'elle se trouve dans la zone de précipitation des carbures de chrome aux joints ferritiques et aux interfaces ferrite-austénite. Ce bobinage provoque, comme on l'a dit, un ralentissement considérable du refroidissement de la bande, qui est ensuite contrainte de séjourner longuement dans la zone de transformation de l'austénite en ferrite et carbures de chrome, avant de se retrouver à température ambiante.

Le traitement B consiste à laisser la bande se refroidir naturellement à l'air libre, en la laissant parvenir à la température ambiante sans la bobiner. La bande ne séjourne pas dans la zone de transformation de l'austénite en ferrite et carbures de chrome, mais elle subit une importante transformation martensitique entre les températures  $Ms$  et  $Mf$ . On verra pourquoi un tel traitement ne peut être inclus dans l'invention.

Le traitement C, représentatif de l'invention, consiste à laisser d'abord la bande se refroidir naturellement, sans être bobinée, de manière à lui éviter de séjourner dans la zone de transformation de l'austénite en ferrite et carbures de chrome, et à ne procéder au bobinage qu'à une température de  $600^\circ C$  environ. Au cours du refroidissement de la bande bobinée, celle-ci finit par rejoindre sensiblement le chemin thermique final du traitement A.

Le traitement D, également représentatif de l'invention, est dans son principe identique au traitement C, mais le bobinage de la bande n'a lieu qu'à une température de  $300^\circ C$  environ. Cette température demeure cependant impérativement supérieure à  $Ms$  (qui dépend de la composition chimique de l'acier), et au cours du refroidissement de la bobine on évite que la bande ne séjourne dans la zone où la transformation martensitique aurait lieu de manière très importante. Son chemin thermique final rejoint ceux des traitements A et C.

Le cliché de la figure 2 montre une portion d'un échantillon d'une bande de référence qui a suivi le chemin thermique A de la figure 1 (donc un bobinage à  $800^\circ C$ ) pour être amenée sous forme bobinée à température ambiante, puis a subi un recuit vase clos dans des conditions habituelles, à savoir un séjour à  $800^\circ C$  environ pendant 6 heures. La bande a la composition chimique précisée plus haut et une épaisseur de 3 mm. On y observe que la majorité de l'échantillon est constituée par de gros grains ferritiques 3. Les zones 4 comportant de petits grains ferritiques issus de la transformation de la martensite  $\alpha'$  lors du recuit vase clos ne représentent qu'une fraction minoritaire de l'échantillon. On remarque surtout la présence, au sein de la structure, de films continus de carbures de chrome 5. Ces films de carbures résultent du fait que, dans un premier temps, le refroidissement lent de la bande bobinée dans la zone de transformation de l'austénite en ferrite et carbures a provoqué une forte précipitation des carbures, et dans un deuxième temps, le recuit vase clos a accentué la coalescence de ces carbures. Comme on le verra, la présence de ces films continus de carbures est une cause de la mauvaise ductilité du métal.

Le cliché de la figure 3 montre une portion d'un échantillon d'une bande selon l'invention (de mêmes composition et épaisseur que celle de la figure 2) qui a suivi un chemin thermique intermédiaire entre les chemins C et D de la figure 1 jusqu'à la température ambiante (la bande a été bobinée à  $500^\circ C$ ), puis a subi un recuit vase clos identique à celui subi par l'échantillon de référence de la figure 2. On observe que les gros grains ferritiques 3 sont toujours présents, mais que les zones à petits grains ferritiques 6 issus de la transformation de la martensite  $\alpha'$  sont en proportion plus importante. Le fait d'avoir fait traverser rapidement à la bande le domaine de précipitation des carbures et nitrures et de lui avoir fait éviter le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures a d'abord conduit à une précipitation limitée de fins carbures dans la ferrite (ce qui est inévitable, vu la rapidité de leur précipitation). De plus, on a ainsi conservé d'importantes plages d'austénite, plus riche en carbone et azote que la ferrite, qui se sont ensuite transformées en martensite. Lors du recuit vase clos qui a suivi, de fins carbures ont précipité au sein de la ferrite, et la martensite s'est décomposée en ferrite et en fins carbures répartis de façon beaucoup plus homogène que dans l'échantillon de référence de la figure 2. On n'observe ainsi plus de films continus de carbures coalescés, mais tout au plus des chapelets discontinus 7 de carbures de faibles dimensions (moins de  $0,5 \mu m$ ) aux frontières entre les gros grains ferritiques et les zones à petits grains ferritiques parsemés de carbures. Ces petits carbures sont nettement moins sensibles à l'amorçage des fissures que les films continus de l'échantillon de référence. L'apparition notable des zones à petits grains ferritiques lors du recuit vase clos est due à la relaxation des contraintes emmagasinées lors de la formation de la martensite, qui donne lieu à un phénomène de restauration. Ces plages de petits grains ferritiques sont beaucoup

plus ductiles que la matrice à gros grains ferritiques, et permettent de imiter la fragilité du métal, notamment en freinant la propagation des fissures par clivage.

Les ductilités des bandes obtenues par le procédé de référence et par le procédé selon l'invention ont été évaluées par des essais de flexion par choc sur des éprouvettes Charpy avec entaille en "V", au cours desquels on a évalué leur résilience par mesure de l'énergie absorbée à 20°C par les échantillons. Les essais ont été conduits sur des échantillons de bandes prélevés avant et après le recuit vase clos. Leurs résultats sont exposés dans le tableau 1 suivant

	Energie absorbée à 20°C avant recuit vase clos	Energie absorbée à 20°C après recuit vase clos
Bande bobinée à 800°C (référence)	≈ 5 J/cm <sup>2</sup>	≈ 5 J/cm <sup>2</sup>
Bande bobinée à 500°C (invention)	≈ 5 J/cm <sup>2</sup>	≈ 60 J/cm <sup>2</sup>

Tableau 1: Résilience des échantillons de bande en fonction de la température de bobinage

On voit que la température de bobinage n'a pas d'influence sur la ductilité à 20°C de la bande brute de coulée, qui n'a pas encore subi le recuit vase clos. Cette ductilité est très médiocre, et elle n'est pas améliorée par le recuit vase clos dans le cas de la bande de référence, bobinée chaude. Comme on l'a vu sur le cliché de la figure 2, le recuit vase clos a, dans ce cas de référence, été impuissant à promouvoir une structure de la matrice métallique et une répartition des carbures favorables à une bonne ductilité. En revanche, la ductilité de la bande bobinée dans les conditions préconisées par l'invention a pu être considérablement améliorée par le recuit vase clos, et amenée à un niveau très satisfaisant. L'expérience montre, en effet, qu'une résilience de l'ordre de 30 à 40 J/cm<sup>2</sup> est suffisante pour que les traitements à froid (débobinage, cisailage des rives notamment) puissent être effectués sans dommages pour la bande.

Le fait d'avoir évité à la bande bobinée de traverser la zone de transformation de l'austénite en ferrite et carbures a conduit, lors du refroidissement de la bande, à la formation de fins carbures dans la ferrite, dont la morphologie et la répartition sont sensiblement plus favorables à l'obtention, après le recuit vase clos, de carbures fins et régulièrement répartis. Ceux-ci sont donc beaucoup moins gênants pour la ductilité de la bande que les films continus de carbures observés sur l'échantillon de référence. La matrice métallique obtenue après le refroidissement de la bande bobinée à basse température, qui est plus riche en martensite, est également plus favorable à une bonne ductilité de la bande finale, car le recuit vase clos agit efficacement sur la martensite pour la décomposer essentiellement en ferrite à petits grains.

Un autre test représentatif de la ductilité de ces mêmes bandes après le recuit vase clos a été effectué. Il consiste à réaliser des pliages alternés à 90° d'une éprouvette dont les bords sont bruts de cisailage ou ont été usinés. Un pliage correspond à une opération consistant à couder l'échantillon à 90°, puis à le ramener à sa configuration droite initiale. On évalue le nombre de pliages qu'il est possible d'effectuer avant que l'échantillon ne se rompe ou présente des fissures au niveau de la zone de pliage. Le tableau 2 suivant regroupe la moyenne des résultats de ces expériences:

	Bords usinés	Bords cisailés
Bande bobinée à 800°C (référence)	2	0
Bande bobinée à 500°C (invention)	6	4

Tableau 2: Nombre moyen de pliages avant rupture ou apparition de fissures en fonction de la température de bobinage

Un nombre de pliages égal à 0 signifie que la bande ne supporte même pas d'être pliée une seule fois avant que n'apparaissent les premières fissures ou la rupture pure et simple. Là encore, il est net que la bande qui a été élaborée

conformément à l'invention se comporte beaucoup mieux que la bande de référence, pour les raisons qui ont été données précédemment.

En résumé, la première idée fondamentale de l'invention est d'imposer à la bande sortant des cylindres un chemin de refroidissement qui permette de limiter la précipitation des carbures, en évitant surtout ceux qui pourraient provenir de la décomposition de l'austénite et qui seraient susceptibles de coalescer en gros films continus lors du recuit vase clos. La seconde idée est de promouvoir, au même stade de l'élaboration, la transformation de l'austénite en martensite de manière à obtenir le plus possible de ferrite à grains fins pendant le recuit vase clos. Ces conditions sont réalisées si on limite le temps passé par la bande coulée dans le domaine de précipitation des carbures et nitrures à partir de la ferrite, et surtout si on lui évite de séjourner dans le domaine de la transformation de l'austénite en ferrite et carbures. Dans la pratique, la réalisation de ces conditions sur les nuances AISI 430 et celles qui lui sont apparentées nécessite que le bobinage de la bande soit effectué à 600°C ou moins pour éviter que la bande ne séjourne dans le domaine de la transformation de l'austénite en ferrite et carbures pendant qu'elle est bobinée. En fonction des conditions de coulée particulières telles que l'épaisseur de la bande, la vitesse de coulée et la distance séparant les cylindres et la bobineuse, ces conditions pourront être remplies par un simple refroidissement naturel à l'air de la bande, ou pourront nécessiter l'utilisation d'une installation de refroidissement forcé de la bande, par exemple au moyen d'une projection d'un fluide refroidissant tel que de l'eau ou un mélange eau-air. On considère que l'imposition à la bande d'une vitesse de refroidissement supérieure ou égale à 10°C/s entre sa sortie des cylindres et le moment où elle atteint la température de 600°C à partir de laquelle peut avoir lieu le bobinage procure généralement les résultats souhaités.

Il faut cependant que la formation de martensite lors du refroidissement de la bande soit contrôlée de façon qu'elle ne devienne pas elle-même nuisible. En premier lieu, il est impératif d'éviter que de la martensite ne se forme avant le bobinage, car elle entraînerait de gros risques de casse de la bande lors du bobinage. Pour cela, il est nécessaire que le bobinage soit effectué à une température supérieure à la température  $M_s$  de transformation de l'austénite en martensite, soit environ 300°C. D'autre part, un refroidissement trop rapide de la bobine (supérieur à 300°C/h) conduirait à une formation excessive de martensite très dure. Celle-ci rendrait la bande trop fragile pour supporter sans incidents les manipulations de la bobine précédant le recuit. L'exemple de traitement B de la figure 1 est représentatif des défauts auxquels pourrait conduire un refroidissement trop rapide de la bande: l'absence de bobinage a conduit à une vitesse de refroidissement moyenne d'environ 1000°C/h. Après ce refroidissement, la bande présentait une dureté de 192 Hv, ce qui est trop élevé, alors que la bande de référence ayant suivi le chemin A avait une dureté de 155 Hv. Les bandes selon l'invention ayant subi un traitement intermédiaire entre les chemins C et D ont des duretés de l'ordre de 180 Hv. Il faut considérer que la bande bobinée ne doit pas se refroidir à une vitesse supérieure à 300°C/h. Dans la pratique, cette condition est généralement satisfaite sur les installations de format industriel lorsqu'on ne prend pas de mesures particulières pour accélérer le refroidissement des bobines (une vitesse de refroidissement naturel à l'air de l'ordre de 100°C/h est habituellement constatée).

D'autre part, pour obtenir de bons résultats, il faut attendre pour procéder au recuit vase clos que la bande bobinée se soit suffisamment refroidie pour que les transformations souhaitées aient eu le temps de s'accomplir, notamment la transformation de l'austénite en martensite. Dans la pratique, le recuit vase clos doit être effectué sur une bobine dont la température est initialement comprise entre l'ambiante et 200°C. Il est typiquement réalisé à une température de 800-850°C pendant au moins 4 heures.

Par rapport aux autres procédés existants visant à améliorer la ductilité des bandes d'acier inoxydable ferritique contenant environ 17% de chrome, le procédé selon l'invention présente l'avantage de ne pas nécessiter d'adaptations particulières et coûteuses de la nuance telles que l'incorporation de stabilisants et/ou l'abaissement des teneurs en carbone et azote jusqu'à des niveaux inhabituellement bas. Il peut être exécuté sur une machine de coulée continue entre cylindres qui n'a pas besoin d'être équipée d'une installation de laminage à chaud de la bande sortant des cylindres. Il ne nécessite pas, non plus, d'adaptations particulières des étapes du cycle de fabrication postérieures à la coulée (recuit vase clos, cisailage de rives, décapage...). La seule modification à une installation de coulée entre cylindres standard que son implantation est susceptible d'exiger est l'addition éventuelle d'un dispositif de refroidissement de la bande sous les cylindres. Un tel dispositif qui pourra être de conception très simple, permettrait d'assurer que la bande ne séjourne jamais dans le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures et que le bobinage s'effectue toujours à 600°C ou moins, quelles que soient la vitesse de coulée et l'épaisseur de la bande, et même si la bobineuse est située relativement près des cylindres (ce qui peut être a contrario souhaitable pour la coulée d'autres types d'aciers).

Il demeure dans l'esprit de l'invention d'appliquer le procédé précédemment décrit à des bandes coulées entre cylindres qui subissent un laminage à chaud sous les cylindres, lorsque par ailleurs les conditions requises sur le refroidissement et le bobinage de la bande sont remplies. On peut désirer effectuer un tel laminage à chaud pour améliorer la santé interne de la bande en refermant ses éventuelles porosités, et pour améliorer sa qualité de surface. De plus, un laminage à chaud, effectué à des températures de 900 à 1150°C avec un taux de réduction d'au moins 5%, a un effet bénéfique sur la ductilité de la bande dont l'expérience montre qu'il se cumule avec l'effet du procédé selon l'invention, sans qu'il soit nécessaire de respecter les conditions analytiques très strictes exposées dans le document EP-A-

0638653 déjà cité. On peut ainsi obtenir des ductilités de la bande plus élevées que celles que permettraient d'atteindre la seule application d'un laminage à chaud ou la seule application de la version de base du procédé selon l'invention.

A titre d'exemple, on a effectué des essais sur une bande d'acier d'épaisseur 2,7 mm coulée entre cylindres, de composition (exprimée en pourcentages pondéraux) :

- 5 - carbone: 0,040% ;
- silicium: 0,23% ;
- soufre: 0,001% ;
- phosphore: 0,024% ;
- 10 - manganèse: 0,40% ;
- chrome: 16,50% ;
- nickel: 0,57% ;
- molybdène: 0,030% ;
- titane: 0,002% ;
- 15 - niobium: 0,001% ;
- cuivre: 0,060% ;
- aluminium: 0,003% ;
- vanadium: 0,060% ;
- azote: 0,042% ;
- 20 - oxygène: 0,0090% ;
- bore: moins de 0,001%.

Cette composition correspond à un critère  $\gamma_p$  de 46,5% et à une température Ac1 de 826°C.

25 En l'absence de laminage à chaud, lorsque le bobinage de la bande est effectué à 800°C (conformément au traitement A de la figure 1) avant le recuit vase clos, la bande ne supporte pas un seul pliage sur bords cisailés et la rupture survient immédiatement. Dans le cas d'un bobinage à 670°C, la bande ne supporte qu'un seul pliage sur bords cisailés. Mais si on effectue le bobinage à 500°C selon le procédé de l'invention, la bande peut supporter 4 pliages sur bords cisailés. Ces essais confirment donc ceux de l'exemple illustré sur les figures 1 à 3.

30 Lorsque de plus ladite bande subit un laminage à chaud à une température de 1000°C avec un taux de réduction de son épaisseur égal à 30%, un bobinage effectué à 500°C selon l'invention procure à la bande une énergie absorbée à 20°C (après recuit vase clos) de 160 J/cm<sup>2</sup>, pour des conditions d'essai similaires à celles des essais du tableau 1 précédent. Par comparaison, si le bobinage est effectué à 800°C, l'énergie absorbée à 20°C est seulement de 100 J/cm<sup>2</sup>.

35 Les bandes susceptibles d'être produites par le procédé selon l'invention se distinguent des bandes de l'art antérieur essentiellement en ce qu'elles combinent

- une structure colonnaire à gros grains ferritiques coexistant avec de nombreuses zones à petits grains ferritiques parsemés de carbures ;
- l'absence de films continus de gros carbures, remplacés par des chapelets de petits carbures discontinus, présents
- 40 aux frontières entre les gros grains ferritiques et les zones à petits grains ferritiques ;
- dans le cas, selon la version de base de l'invention, où on n'a pas procédé à un laminage à chaud de la bande avant son bobinage, l'absence des structures dénotant classiquement qu'on a procédé à un tel laminage à chaud ;
- et, généralement, l'absence de teneurs significatives en éléments stabilisants tels que le niobium, le vanadium, le titane, l'aluminium, le molybdène ; comme on l'a dit, de tels éléments peuvent éventuellement être présents pour
- 45 diverses raisons, mais ils n'exercent pas d'influence notable sur la ductilité de la bande.

Leur bonne ductilité rend ces bandes aptes à subir ensuite sans dommages les opérations métallurgiques habituelles qu'elles transformeront en produits finis utilisables par un client, notamment un laminage à froid.

## 50 Revendications

1. Procédé de fabrication de bandes minces d'acier inoxydable ferritique d'épaisseur inférieure à 10 mm, selon lequel, directement à partir de métal liquide, on solidifie entre deux cylindres rapprochés à axes horizontaux, refroidis intérieurement et tournant en sens contraires, une bande d'un acier inoxydable ferritique du type contenant au plus
- 55 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisé en ce qu'on refroidit ou on laisse se refroidir ensuite ladite bande en évitant de la faire séjourner dans le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures, en ce qu'on effectue le bobinage de ladite bande à une température comprise entre 600°C et la température de



transformation martensitique Ms, en ce qu'on laisse la bande bobinée se refroidir à une vitesse maximale de 300°C/h jusqu'à une température comprise entre 200°C et la température ambiante, et en ce qu'on procède ensuite à un recuit vase clos de ladite bande.

- 5    2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit recuit vase clos est réalisé à une température de 800 à 850°C pendant au moins 4 heures.
- 10    3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on évite de faire séjourner la bande dans le domaine de transformation de l'austénite en ferrite et carbures en lui conférant une vitesse de refroidissement supérieure ou égale à 10°C/s au moins entre le moment où la bande solidifiée quitte les cylindres et le moment où elle atteint la température de 600°C.
- 15    4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on confère ladite vitesse de refroidissement à ladite bande par projection sur la surface de la bande d'un fluide refroidissant.
- 20    5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on effectue de plus un laminage à chaud de la bande préalablement à son bobinage, à une température comprise entre 900 et 1150°C et avec un taux de réduction de l'épaisseur de la bande de 5% au moins.
- 25    6. Bande d'acier inoxydable ferritique du type contenant au plus 0,012% de carbone, au plus 1% de manganèse, au plus 1% de silicium, au plus 0,040% de phosphore, au plus 0,030% de soufre et entre 16 et 18% de chrome, caractérisée en ce qu'elle est susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 5.
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

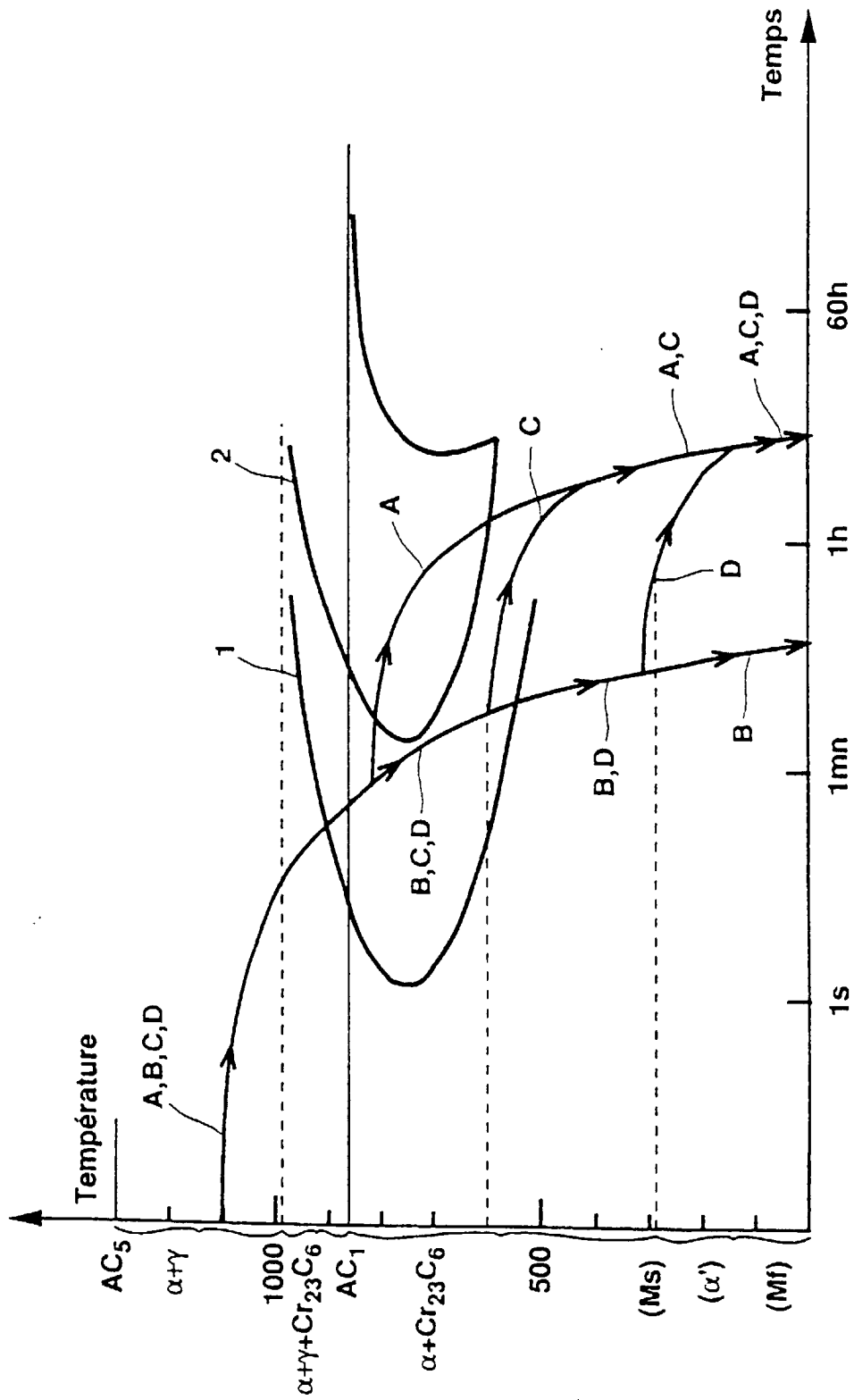


Fig. 1



Fig. 2



Fig. 3



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 98 40 1090

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)
A	EP 0 691 412 A (KAWASAKI STEEL CORPORATION) 10 janvier 1996 ---		C21D6/00 C21D8/02 //B21D11/124
A,D	EP 0 638 653 A (NIPPON STEEL CORP) 15 février 1995 ---		
A	EP 0 471 608 A (USINOR SACILOR ; THYSSEN STAHL AG (DE); THYSSEN EDELSTAHLWERKE AG ()) 19 février 1992 ---		
A	DE 40 17 989 A (ACERINOX SA) 5 septembre 1991 ---		
A,D	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 18, no. 79 (M-1557), 9 février 1994 & JP 05 293595 A (NIPPON STEEL CORPORATION), 9 novembre 1993 * abrégé *		
A,D	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 097, no. 003, 31 mars 1997 & JP 08 295943 A (NIPPON STEEL CORP), 12 novembre 1996 * abrégé *		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C21D B22D
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche <b>LA HAYE</b>		Date d'achèvement de la recherche <b>27 août 1998</b>	Examineur <b>Mollet, G</b>
<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)