

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 881 306 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

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

(51) Int. Cl.⁶: **C21D 8/02**, C21D 8/04,
C22C 38/04

(21) Numéro de dépôt: **98201503.4**

(22) Date de dépôt: **08.05.1998**

(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: **12.05.1997 BE 9700413**

(71) Demandeur:
**RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU
GROUPE COCKERILL SAMBRE,
en abrégé: RD-CS
4000 Liège (BE)**

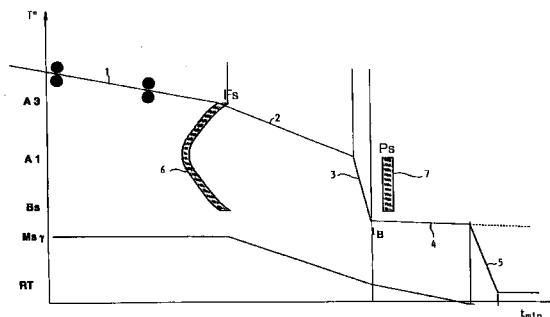
(72) Inventeur: **Eberle, Klaus
1160 Auderghem (BE)**

(74) Mandataire:
**Callewaert, Jean et al
Gevers & Vander Haeghen,
Patent Attorneys,
Rue de Livourne 7
1060 Brussels (BE)**

(54) Acier ductile à haute limite élastique et procédé de fabrication de cet acier

(57) L'invention est relative à un acier multiphasé laminé à chaud montrant une transformation induite de plasticité ("TRIP") comprenant de la ferrite, de la bainite ou un mélange de bainite et de martensite, et de l'austénite résiduelle et dont la composition chimique contient du carbone, du manganèse et du silicium contenant essentiellement, calculé en % en poids :

carbone	0,05 % à 0,5 %,
manganèse	0,50 % à 2,5 %,
silicium	0,30 % à 0,80 %



et à un procédé pour la fabrication d'une tôle d'un tel acier.

EP 0 881 306 A1

Description

La présente invention est relative à un acier multiphasé laminé à chaud montrant une transformation induite de plasticité ("TRIP") comprenant de la ferrite, de la bainite et/ou un mélange de bainite et de martensite, et de l'austénite résiduelle et dont la composition chimique contient du carbone, du manganèse et du silicium.

Des aciers à haute résistance comme les aciers rephosphorés, les aciers microalliés, les aciers dualphase sont largement utilisés pour les pièces d'automobiles. Des tôles réalisées en un tel acier exigent une résistance suffisante pour répondre à la sécurité des automobiles et doivent, de plus, avoir des propriétés excellentes de mise en forme.

Il est également connu que la résistance et la ductilité d'un acier multiphasé peut être améliorée par transformation induite de plasticité ("transformation induced plasticity, "TRIP") d'austénite résiduelle.

Ce phénomène a pour la première fois été découvert par Zackay et al dans des aciers contenant des grandes quantités de nickel et de chrome.

Toutefois, la présence dans ces aciers de grandes quantités de tels éléments alliants pose des problèmes pour la fabrication d'aciers dans des conditions économiquement rentables.

Il y a encore lieu de remarquer qu'un acier contenant une quantité significative d'austénite résiduelle peut être obtenu par l'addition de silicium et de manganèse et par le laminage à chaud contrôlé produisant une structure multiphasée en des zones isolées d'austénite.

La présente invention a pour but de proposer un acier multiphasé du type précité présentant toutefois des propriétés améliorées de résistance et de ductilité convenant particulièrement pour la mise en forme dans l'industrie automobile et ceci à des conditions économiquement justifiées.

A cet effet, l'acier suivant l'invention, contient, calculé en % en poids :

0,05 à 0,5 % de carbone

0,50 à 2,5 % de manganèse

0,30 à 0,80 % de silicium,

et une faible teneur en niobium, vanadium, zirconium et/ou titane, d'une manière telle à éviter une croissance exagérée des grains d'austénite lors du réchauffement des brames, le restant étant du fer et des impuretés inévitables.

L'invention concerne également un procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier multiphasé du type précité. Suivant ce procédé, on prépare d'abord un lingot d'acier répondant à la composition chimique précitée que l'on soumet ensuite successivement aux opérations suivantes :

- un réchauffement à une température de 1150°C à 1300°C pendant 135 à 200 minutes,
- un laminage de dégrossissement avec un refroidissement se terminant à une température de 900°C à 1150°C,
- un laminage de finition avec un refroidissement jusqu'à proximité ou en dessous de la température de transformation de l'austénite (A_3),
- un refroidissement lent jusqu'à proximité de la température de formation de perlite (A_1),
- un refroidissement rapide jusqu'en dessous de la température de formation de perlite,
- un bobinage de la tôle, obtenue lors des opérations susdites de laminage, en dessous de la température de départ de formation de bainite et au-dessus de la température de départ de la formation de martensite, de manière à ce que la formation de bainite a lieu dans la tôle enroulée, et
- une trempe de cette tôle bobinée pour arrêter la formation de bainite et pour éviter le risque de précipitation de carbure de fer.

De plus, l'invention concerne également un acier multiphasé qui présente une morphologie similaire à celle de l'acier obtenu par la mise en oeuvre de ce procédé.

Il pourrait donc s'agir d'un acier dont la composition chimique soit quelque peu différente de celle donnée ci-dessus et qui a été obtenu par un autre procédé que celui décrit ci-dessus.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description donnée ci-après, à titre d'exemples non limitatifs, de quelques formes de réalisation particulières de l'acier suivant l'invention et du procédé pouvant être appliqué pour obtenir un acier du type précité, avec référence au graphique annexé permettant d'illustrer ce procédé.

D'une façon générale, l'invention concerne un acier multiphasé laminé à chaud comprenant de la ferrite, de la bainite ou un mélange de bainite et de martensite, et de l'austénite résiduelle et dont la composition chimique contient 0,05 % à 0,5 % de carbone, 0,50 % à 2,5 % de manganèse, 0,30 % à 0,80 % de silicium, une faible teneur en niobium, vanadium, zirconium et/ou titane, le restant étant du fer et des traces d'impuretés inévitables.

De plus, l'acier suivant l'invention contient avantageusement moins de 0,100 % d'aluminium, moins de 0,015 % d'azote, moins de 0,300 % de soufre, moins de 0,100 % de phosphore et moins de 0,005 % de bore.

Comme déjà mentionné ci-dessus, l'invention concerne également un procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier multiphasé répondant à la composition chimique précitée, suivant lequel on soumet un lingot, présentant cette composition, successivement aux opérations suivantes :

- 5 - un réchauffement à une température de 1150°C à 1300°C durant 135 à 200 minutes ;
- un laminage de dégrossissement combiné avec un refroidissement dont la température finale est de 900°C à 1150°C et dont l'épaisseur finale est de 26 mm à 50 mm ;
- un laminage de finition combiné avec un refroidissement jusqu'à proximité ou en dessous de la température de transformation de l'austénite (A3) ;
- 10 - un refroidissement lent jusqu'à proximité de la température de formation de perlite (A1) ;
- un refroidissement rapide jusqu'en dessous de la température de formation de perlite ;
- un bobinage de la tôle obtenue lors des opérations susdites de laminage à une température en dessous de la température de départ de formation de bainite et au-dessus de la température de départ de formation de martensite, de manière à ce que la formation de bainite ait lieu dans la tôle bobinée, et une trempe de cette tôle bobinée pour
- 15 arrêter la formation de bainite et pour éviter le risque de précipitation de carbure de fer.

Le graphique annexé montre l'évolution de la température de la tôle ainsi traitée en fonction de la température. Ainsi, en ordonnée, on donne la température et, en abscisse, le temps en minutes.

Le segment de droite 1 de ce graphique représente le refroidissement lent de l'acier lors du laminage.

20 La température A3 correspond à la température de transformation de l'austénite obtenue à la fin du laminage précité. La température A1 correspond à la température de formation de perlite à la fin du refroidissement lent de la tôle sur une table de refroidissement ("Runout table"). Le refroidissement lent, représenté par la ligne 2, a lieu à raison de 5 K/s à 15 K/s en présence d'air, dépendant de l'épaisseur de la tôle, de la composition de l'acier et de la température de la tôle.

25 Ce refroidissement lent est alors suivi par un refroidissement rapide de l'ordre de 50 K/s à 80 K/s par des rampes d'eau jusqu'à une température finale se situant en dessous de la température de départ de formation de bainite, comme montré par la ligne 3 sur le graphique.

Ensuite a lieu le bobinage de la tôle combiné avec un refroidissement lent à l'air, comme montré par la ligne 4, cette température variant de 250 à 450°C pendant 5 à 120 minutes.

30 Lors du passage de la table de refroidissement au bobinage de la tôle, celle-ci perd encore environ 10 K/s.

Le bobinage est effectué à une température se situant en dessous de la température de départ de formation de bainite Bs et au-dessus de la température de départ de martensite Ms, de sorte que la formation de bainite a lieu dans la tôle bobinée même.

35 Cette formation de bainite, qui est une phase contenant environ 0,2 % de carbone, entraîne également une diffusion de carbone dans l'austénite résiduelle.

Après un temps de 5 à 120 minutes, dépendant de la cinétique de la bainite, qui est lui-même dépendant de la température de formation de bainite et de la composition de l'acier, la tôle bobinée est soumise à une trempe dans un milieu liquide, notamment dans de l'eau, qui a été représentée au graphique par la ligne 5.

40 Dans ce graphique, la zone hachurée 6 correspond à la formation de ferrite, tandis que la zone hachurée 7 correspond à la formation de perlite.

Par ailleurs, étant donné que le laminage a uniquement lieu à une température supérieure à la température de transformation de l'austénite A₃, il s'agit donc d'un acier dit "laminé à chaud".

Suivant l'invention, il s'est avéré que, durant la mise en forme, l'austénite résiduelle douce est transformée en martensite dure qui donne à la tôle une bonne résistance contre la striction et un allongement uniforme plus élevé.

45 En variant la teneur des éléments alliés dans la composition chimique de l'acier, il est possible d'influencer les propriétés de la tôle obtenue après les opérations précitées.

Ainsi, l'addition de carbone détermine le volume maximum de ferrite et permet de diminuer sensiblement la température de départ de martensite Ms suivant la formule :

50
$$Ms = 539^{\circ}\text{C} - 423^{\circ}\text{C} - 30.4 \cdot \text{Mn} - 7.5 \cdot \text{Si} \text{ (formule d'Andrew).}$$

La teneur en carbone permet ainsi de contrôler le temps du départ de la formation de ferrite dans un diagramme de refroidissement continu et la cinétique de formation de ferrite et de bainite.

55 Le manganèse augmente la zone de la formation de la bainite dans le diagramme de refroidissement continu et dans le diagramme du maintien isothermique en diminuant la température de départ de la martensite Ms.

Dans la zone ferrite/perlite du diagramme de refroidissement (au-dessus de 500°C) il forme un "nez" ce qui signifie que la ferrite et la perlite sont verticalement séparées.

De ceci résulte que, durant la transformation contrôlée sur la table de refroidissement, une grande quantité de fer-

rite peut être formée sans atteindre le moment de départ de la formation de perlite.

Le silicium stabilise le carbone en solution dans l'austénite et dans la bainite par une inhibition de la précipitation de cémentite. Cet effet s'explique par le fait que le silicium est relativement peu soluble dans la cémentite, ce qui nécessite l'éjection contrôlée, par diffusion, du silicium dans le front de transformation. Cela cause une inhibition de croissance des embryons de cémentite.

Ainsi, de l'austénite résiduelle peut être enrichie par diffusion de carbone provenant d'une phase de décomposition d'austénite en ferrite et/ou bainite.

Les éléments, constitué par le niobium, le vanadium, le zirconium et le titane, seuls ou en combinaison, sont utilisés en faible quantité pour former des carbures, nitrures ou carbonitrures de manière à pouvoir bloquer l'accroissement des grains durant le réchauffement de la bramme.

Des grains de dimensions plus réduites conduisent à un chemin de diffusion plus réduit de carbone et à des gradients de carbone plus faibles. Ceci permet de réduire le risque de formation de précipités de cémentite.

L'aluminium est utilisé pour fixer l'azote en solution en formant des nitrures d'aluminium. Les nitrures d'aluminium ont, de plus, un effet positif en réduisant l'accroissement des grains d'austénite jusqu'à une température de l'ordre de 1150°C pendant le réchauffement de la bramme.

L'azote et le soufre sont des impuretés dont la teneur doit être maintenue aussi réduite que possible. Le phosphore a un effet positif sur la résistance de l'acier, mais doit également être maintenu aussi réduit que possible pour éviter des effets de fragilisation.

En quantités très réduites, le bore se dépose dans les joints de grains et augmente ainsi la ductilité. Le bore nuit également à la formation des phases, qui sont obtenues par diffusion, telles que les phases de ferrite et de perlite. Ceci nécessite donc que la teneur en bore doit être maintenue aussi faible que possible.

L'invention concerne également un acier multiphasé obtenu, en principe, suivant n'importe quel procédé, mais présentant la même structure et morphologie que l'acier multiphasé obtenu directement par le procédé spécifique décrit ci-dessus.

L'acier suivant l'invention présente entre autres les avantages suivants :

- un bon rapport entre la limite d'élasticité et la charge de rupture ;
- de bonnes propriétés de formage et un meilleur allongement uniforme comparés à ceux des aciers multiphasés connus ;
- un coefficient d'écrouissage élevé lors d'une déformation ;
- un freinage contre la striction grâce à la valeur n élevée et un allongement uniforme élevé ;
- des propriétés mécaniques contrôlées par la température de traitement ;
- un durcissement possible de la structure multiphasée par la transformation d'austénite résiduelle en bainite à température élevée dans la tôle d'acier ayant été mise en forme, par exemple dans des procédés d'immersion à chaud, tels que la galvanisation par du zinc et de l'aluminium, ou un traitement chaud subséquent ;
- un durcissement de la structure multiphasée par la transformation d'austénite résiduelle en martensite lors d'un traitement à température basse, tel que dans de l'azote liquide, pour contrôler les propriétés mécaniques de l'acier avant ou après déformation ;
- un bon comportement contre la fatigue mécanique par une combinaison de phases dures formées de bainite et de martensite, et de phases douces, de ferrite et austénite résiduelle ;
- une valeur d'absorption d'énergie élevée pendant la déformation à haute vitesse par suite d'une transformation de phases et un mécanisme de multiplication et dislocation ;
- une bonne soudabilité par suite d'une valeur basse de carbone équivalent.

Par le fait que la teneur en silicium dans l'acier est inférieure à 0,8 % et que cet acier est soumis à une trempe après bobinage, il est possible de contrôler la quantité d'austénite résiduelle, par suite du blocage de la formation de bainite dans l'acier bobiné, d'éviter la précipitation de carbure, par le contrôle de l'enrichissement en carbure en bloquant la diffusion de carbone, et d'obtenir ainsi un acier présentant une ductilité plus importante grâce à un faible durcissement des phases par une teneur en Si réduite. De plus, l'acier suivant l'invention permet l'immersion à chaud dans du zinc et de l'aluminium sans risque d'oxydation en surface ou de problèmes d'adhésion. En outre, l'acier suivant l'invention ne montre pas de défaut de surface s'appelant "La langue de chat" lors de laminage à chaud causé par une teneur en Si élevée.

Afin de permettre d'illustrer davantage l'objet de la présente invention, sont donnés, ci-après, quelques exemples concrets de compositions chimiques d'un acier multiphasé suivant l'invention et de paramètres des différentes étapes du laminage à chaud appliqué sur cet acier.

EXEMPLE 1

Composition chimique :

- 5 0,16 % C
1,5 % Mn
0,6 % Si
0,015 % Nb
- 1) Réchauffage : température : 1280°C
temps de maintien : 150 min
- 10 2) Laminage de dégrossissement : température finale : 1100°C
3) Laminage de finition : température finale : 870°C
4) Table de refroidissement :

- 15 ■ première zone : refroidissement lent de ≤ 20 K/s jusqu'à une température finale de 660°C.
■ deuxième zone : refroidissement rapide de ≥ 50 K/s jusqu'à une température finale de 370°C.

- 5) Bobinage : température de bobinage 350°C durant 15 min.
6) Trempe : Trempe à l'eau

EXEMPLE 2

Composition chimique :

- 25 0,5 % C
0,5 % Mn
0,8 % Si
0,020 Ti
- 1) Réchauffage : température : 1280°C
temps de maintien : 150 min
- 30 2) Laminage de dégrossissement : température finale : 1100°C
3) Laminage de finition : température finale : 810°C

4) Table de refroidissement :

- 35 ■ première zone : refroidissement lent de ≤ 20 K/s jusqu'à une température finale de 700°C.
■ deuxième zone : refroidissement rapide de ≥ 50 K/s jusqu'à une température finale de 320°C.

- 5) Bobinage : température de bobinage 300°C durant 20 min.
40 6) Trempe : trempe à l'huile

EXEMPLE 3

Composition chimique :

- 45 0,05 % C
2,5 % Mn
0,3 % Si
0,010% Ti
0,020% V
- 50 1) Réchauffage : température : 1150°C
temps de maintien : 155 min
- 2) Laminage de dégrossissement : température finale : 960°C
3) Laminage de finition : température finale : 780°C
4) Table de refroidissement :

- 55 ■ première zone : refroidissement lent de ≤ 20 K/s jusqu'à une température finale de 680°C.
■ deuxième zone : refroidissement rapide de ≥ 50 K/s jusqu'à une température finale de 320°C.

EP 0 881 306 A1

5) Bobinage :

température de bobinage 280°C durant 60 min

6) Trempe à l'eau.

5 Ci-après sont données les propriétés mécaniques obtenues par l'essai de traction classique de l'acier multiphasé avec l'effet "TRIP", qui a été obtenu suivant l'exemple 1 lors d'un essai industriel sur un échantillon de tôle d'une épaisseur de 3 mm prélevé en axe de la tôle soumise à une traction 25/125 (Norme ISO) :

10

Limite d'élasticité Rp 0,2% (MPa)	544
Charge de rupture Rm (MPa)	986
Rapport Rp 0,2% Rm (%)	55,2
Allongement de palier (%)	0,0
Allongement uniforme (%)	15,3
Allongement total (%)	26,2
Coefficient n	0,160

15

20

Revendications

25 1. Acier multiphasé laminé à chaud montrant une transformation induite de plasticité ("TRIP") comprenant de la ferrite, de la bainite ou un mélange de bainite et de martensite, et de l'austénite résiduelle et dont la composition chimique contient du carbone, du manganèse et du silicium, cet acier étant caractérisé en ce qu'il contient essentiellement, calculé en % en poids :

30

carbone	0,05 % à 0,5 %,
manganèse	0,50 % à 2,5 %,
silicium	0,30 % à 0,80 %

35

2. Acier suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il répond essentiellement à la composition chimique suivante : titane, niobium, zirconium et/ou

40

vanadium	0,010 à 0,100%
aluminium	< 0,100%
azote	≤ 0,015%
soufre	≤ 0,003%
phosphore	≤ 0,010%
bore	≤ 0,005%

45

50

le restant étant du fer et des impuretés inévitables.

55 3. Procédé pour la fabrication d'une tôle d'acier multiphasé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on prépare un lingot d'acier contenant :

5

carbone	0,05 % à 0,5 %,
manganèse	0,5 % à 2,5 %,
silicium	0,30 % à 0,80 %

10 et l'on soumet ce lingot successivement aux opérations suivantes :

- un réchauffement à une température de 1150°C à 1300°C pendant 135 à 200 minutes,
- un laminage de dégrossissement avec un refroidissement se terminant à une température de 900°C à 1150°C,
- un laminage de finition avec un refroidissement jusqu'à proximité ou en dessous de la température de trans-
formation de l'austénite (A_3),
- un refroidissement lent jusqu'à proximité de la température de formation de perlite (A_1),
- un refroidissement rapide jusqu'en dessous de la température de formation de perlite,
- un bobinage de la tôle obtenue lors des opérations susdites de laminage en dessous de la température de
départ de formation de bainite et au-dessus de la température de départ de la formation de martensite, de
manière à ce que la formation de bainite a lieu dans la tôle enroulée et
- une trempe de cette tôle bobinée pour arrêter la formation de bainite et pour éviter le risque de précipitation de
carbure de fer.

25 4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on réduit l'épaisseur du lingot d'acier à une épaisseur de 26 à 50 mm lors du laminage de dégrossissement précité.

5. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que l'on applique un laminage de fini-
tion jusqu'à une température finale de 780° à 910°C.

30 6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 3 à 5, caractérisé en ce que l'on fait suivre le laminage de
finition par un refroidissement lent à une vitesse inférieure à 20 K/s.

7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 2 à 6, caractérisé en ce que l'on effectue le refroidissement
rapide précité à une vitesse supérieure à 50 K/s, par exemple jusqu'à 80 K/s.

35

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 3 à 7, caractérisé en ce que l'on effectue l'enroulement de la
tôle à une température de 250°C à 450°C pendant 5 à 120 minutes.

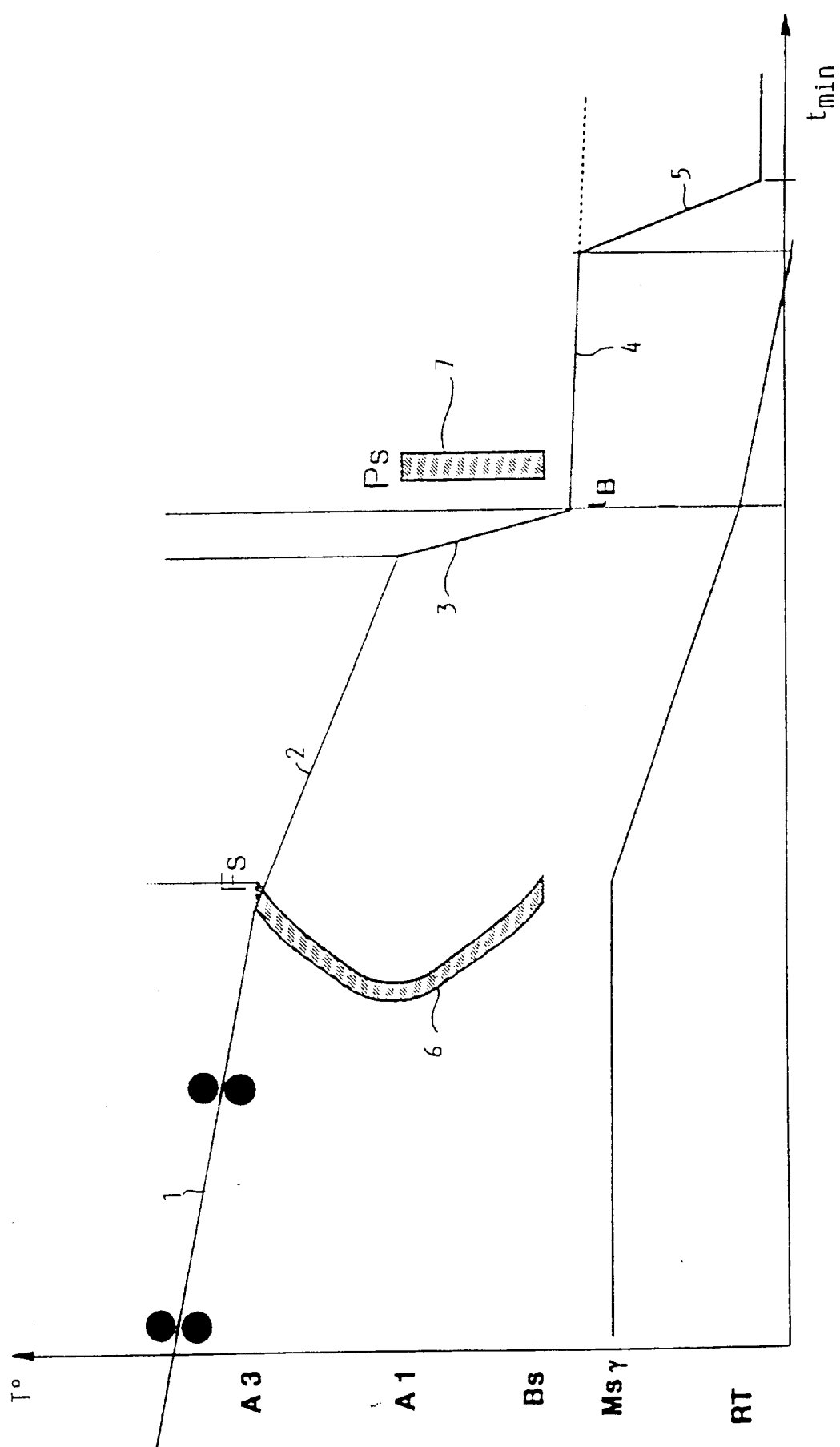
40 9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 3 à 8, caractérisé en ce que l'on effectue une trempe de la
tôle bobinée.

10. Acier multiphasé caractérisé en ce qu'il présente une morphologie pouvant être obtenue par la mise en oeuvre du
procédé suivant l'une quelconque des revendications 3 à 9.

45

50

55





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 20 1503

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	US 5 328 528 A (CHEN HUANG-CHUAN) 12 juillet 1994 * le document en entier * ----	1,2	C21D8/02 C21D8/04 C22C38/04
X	EP 0 295 500 A (NIPPON STEEL CORP) 21 décembre 1988 * revendications; exemples * ----	1,3	
X	EP 0 586 704 A (NIPPON STEEL CORP) 16 mars 1994 * revendications; figure 6; exemples * ----	1-3	
X	EP 0 707 087 A (NIPPON STEEL CORP) 17 avril 1996 * le document en entier * ----	1,2	
A	US 5 470 529 A (NOMURA SHIGEKI ET AL) 28 novembre 1995 ----		
A	US 4 033 789 A (HAMBURG EMIL G ET AL) 5 juillet 1977 ----		
A	BANO X ET AL: "ACIERS LAMINES A CHAUD A TRES HAUTE RESISTANCE POUR MISE EN FORME A FROID" CAHIERS D'INFORMATIONS TECHNIQUES DE LA REVUE DE METALLURGIE, vol. 92, no. 10/11, 1 octobre 1995, pages 1271-1280, XP000556050 ----		C21D C22C
A	YASU HARU SAKUMA ET AL: "MECHANICAL BEHAVIOR OF AN INTERCRITICALLY ANNEALED AND ISOTHERMALLY TRANSFORMED LOW C ALLOY STEEL WITH FERRITE-BAINITE-AUSTENITE MICROSTRUCTURES" JOURNAL OF HEAT TREATING, vol. 8, no. 2, 1 janvier 1990, pages 109-120, XP000174227 -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		14 août 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)