

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 971 044 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

12.01.2000 Bulletin 2000/02

(51) Int Cl.7: **C22C 38/32**

(21) Numéro de dépôt: **99401690.5**

(22) Date de dépôt: **07.07.1999**

(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

• **Devroc, Jacques**

13300 Salon de Provence (FR)

• **Hennechart, Jean-Paul**

08200 Floing (FR)

• **Spehner, Dominique**

08200 Sedan (FR)

(30) Priorité: **09.07.1998 FR 9808793**

(71) Demandeur: **SOLLAC**

92800 Puteaux (FR)

(74) Mandataire: **Neyret, Daniel Jean Marie**

USINOR

Direction Propriété Industrielle

Immeuble Pacific

11, cours Valmy - TSA 10001

La Défense 7

92070 La Défense Cedex (FR)

(72) Inventeurs:

• **Laurent, Jean-Pierre**

13800 Istres (FR)

(54) **Tôle d'acier laminée à chaud et à froid revêtue et présentant une très haute résistance après traitement thermique**

(57) Tôle d'acier laminée à chaud et pouvant être ensuite laminée à froid, revêtue, l'acier de la tôle ayant la composition pondérale suivante :

0,15% < carbone < 0,5%

0,5% < manganèse < 3%

0,1% < silicium < 0,5%

0,01% < chrome < 1%,

titane < 0,2%,

aluminium < 0,1%,

phosphore < 0,1%,

soufre < 0,05%,

0,0005% < bore < 0,08%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration, la tôle assurant une très haute résistance mécanique après traitement thermique et le revêtement à base d'aluminium assurant une haute tenue à la corrosion.

EP 0 971 044 A1

Description

[0001] L'invention concerne une tôle d'acier laminée à chaud et à froid, revêtue et comportant une très haute résistance après traitement thermique.

[0002] Dans ce domaine technique, les solutions proposées entraînant une augmentation des caractéristiques mécaniques s'exercent au détriment des propriétés de mise en forme. Il existe une solution consistant à séparer les propriétés de mise en forme et celles nécessaires à l'emploi. Les caractéristiques nécessaires à l'emploi sont obtenues par un traitement thermique postérieur ou concomitant à la mise en forme. Dans ce cas, les tôles proposées ne sont pas livrées revêtues pour des problèmes de tenues du revêtement lors du traitement thermique. Le revêtement est donc effectué sur pièces finies ce qui nécessite un nettoyage soigné des surfaces et des parties creuses. De plus le traitement thermique doit être effectué sous atmosphère contrôlée afin d'éviter toute décarburation et oxydation du métal de la tôle. Les tôles en acier pour traitement thermique ne possèdent pas de pré-revêtement, ce qui nécessite des post-traitements de dégraissage, décapage et revêtement.

[0003] Lors du revêtement en continu des produits plats laminés à chaud et à froid, le recuit préalable et le refroidissement précédant ou suivant l'opération de revêtement, à base de zinc ou d'aluminium, ne sont utilisés que pour amener la tôle à une température proche de celle du bain ou pour restaurer les propriétés mécaniques de la tôle dégradées lors du laminage à froid. Ces cycles thermiques sont choisis en fonction de la composition de l'acier afin qu'aucune transformation allotropique n'ait lieu lors du cycle thermique, l'objectif étant d'obtenir des caractéristiques mécaniques similaires à celles mesurées sur les tôles d'acier livrées non revêtues.

[0004] Le but de l'invention est de produire une tôle d'acier laminée à chaud ou à froid d'une épaisseur désirée, revêtue, et présentant des possibilités de mise en forme étendues et qui, après traitement thermique effectué sur la pièce finie, permette d'obtenir une résistance mécanique supérieure à 1000 MPa, une résistance aux chocs, à la fatigue, à l'abrasion et à l'usure importante, tout en conservant une bonne résistance à la corrosion ainsi qu'une bonne aptitude à la peinture et au collage. Il doit être également possible de réaliser la mise en forme à chaud avec trempe dans l'outil en obtenant les mêmes propriétés.

[0005] L'invention a pour objet une tôle d'acier laminée à chaud, pouvant être éventuellement ensuite laminée à froid, revêtue et traitée thermiquement, l'acier de la tôle ayant la composition pondérale suivante :

0,15% < carbone < 0,5%

0,5% < manganèse < 3%

0,1% < silicium < 0,5%

0,01% < chrome < 1%,

titane < 0,2%,

aluminium < 0,1%,

phosphore < 0,1%,

soufre < 0,05%,

0,0005% < bore < 0,08%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration.

[0006] Les autres caractéristiques de l'invention sont:

- la composition pondérale de la tôle est de préférence la suivante:

0,20% < carbone < 0,5%

0,8% < manganèse < 1,5%

0,1% < silicium < 0,35%

0,01% < chrome < 1%,

titane < 0,1%,

aluminium < 0,1%,

phosphore < 0,05%,

soufre < 0,03%,

0,0005% < bore < 0,01%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration.

- dans la composition pondérale de la tôle, la teneur en titane par rapport à la teneur en azote est supérieure à 3,42, le bore ne pouvant plus être combiné à l'azote .

- le bain métallique pour le revêtement comprend dans sa composition pondérale de base, de 9% à 10% de silicium, de 2% à 3,5% de fer, le solde étant de l'aluminium.

- le bain métallique pour le revêtement comprend dans sa composition pondérale de base, de 2% à 4% de fer, le solde étant de l'aluminium.

[0007] L'invention concerne également un procédé de réalisation d'une pièce à partir de la tôle revêtue dans lequel après mise en forme et avant traitement thermique, le revêtement de la pièce est soumis à une élévation de température à une vitesse supérieure à 5°C/ seconde pouvant dépasser 600°C/seconde.

[0008] Une autre caractéristique du procédé est:

- le traitement thermique consiste à réchauffer le revêtement et la pièce à une température supérieure à 750°C.

[0009] L'invention concerne aussi l'utilisation de la tôle d'acier laminée à chaud et pouvant être ensuite laminée à froid et revêtue, pour des pièces de structure et /ou anti-intrusion ou de soubassement pour véhicule terrestre à moteur comme par exemple une poutre de pare choc, un renfort de portière, un bras de roue...

[0010] La description qui suit fera bien comprendre l'invention.

[0011] La tôle selon l'invention qui est issue, du fait de son élaboration, d'un train de laminage à chaud, peut éventuellement être relaminée à froid en fonction de l'épaisseur finale désirée. Elle est ensuite revêtue d'un revêtement à base d'aluminium, par exemple au trempé dans un bain comportant en outre, de 8% à 11% de silicium, de 2% à 4% de fer, la tôle présentant une haute

résistance mécanique après traitement thermique et une haute tenue à la corrosion, ainsi qu'une bonne aptitude à la peinture et au collage.

[0012] Le revêtement a notamment pour fonction de protéger la tôle de base contre la corrosion à chaud comme à froid. Les caractéristiques mécaniques à l'état de livraison de la tôle selon l'invention autorisent une grande variété de mise en forme en particulier un emboutissage profond. Le traitement thermique appliqué lors d'un procédé de formage à chaud ou après la mise en forme permet d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées pouvant dépasser 1500 MPa pour la résistance mécanique et 1200 MPa pour la limite d'élasticité. Les caractéristiques mécaniques finales sont adaptables et dépendent de la teneur en carbone de l'acier et du traitement thermique.

[0013] Lors du traitement thermique réalisé sur pièce finie ou lors d'un procédé de formage à chaud, le revêtement forme une couche présentant une grande résistance à l'abrasion, l'usure, la fatigue, le choc ainsi qu'une bonne tenue à la corrosion et une bonne aptitude à la peinture et au collage.

[0014] Selon l'invention l'acier dont la composition pondérale est la suivante :

0,15% < carbone < 0,5%

0,5% < manganèse < 3%

0,1% < silicium < 0,5%

0,01% < chrome < 1%,

titane < 0,2%,

aluminium < 0,1%,

phosphore < 0,1%,

soufre < 0,05%,

0,0005% < bore < 0,08%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration est élaboré sous la forme d'une tôle laminée à chaud et éventuellement laminée à froid pour obtenir l'épaisseur désirée. La tôle d'acier est ensuite revêtue au trempé, après décapage, dans un bain d'aluminium contenant, soit de 8% à 11% de silicium et 2% à 4% de fer, soit de 2% à 4% de fer sans silicium, ou encore, dans un bain d'aluminium contenant de préférence de 9% à 10% de silicium et 2% à 3,5% de fer.

[0015] Dans un exemple de réalisation, d'un revêtement de la tôle au trempé dans un bain métallique contenant un alliage d'aluminium comprenant une proportion d'environ 90% d'aluminium, la couche de revêtement comporte une première couche d'alliage en contact avec la surface de l'acier. Cette couche, directement en contact avec la surface de la tôle est fortement alliée en fer.

[0016] Une seconde couche de revêtement, au dessus de la première, contient environ, 90% d'aluminium et peut contenir, en fonction de la composition du bain, du silicium et un peu de fer.

[0017] La première couche d'alliage peut se fissurer lorsque la tôle est mise en forme pour la fabrication de pièces.

[0018] Selon une forme de l'invention, après la mise

en forme de la pièce, le revêtement est soumis à une élévation de température à une vitesse supérieure à 5°C/ seconde pouvant dépasser 600°C/ seconde. Cette montée en température permet une refusion rapide de l'aluminium qui colmate les fissures engendrées par l'opération de mise en forme de la pièce.

[0019] Un autre intérêt de l'invention réside dans le fait que la diffusion du fer dans le revêtement sera initiée à haute température. On aura donc une meilleure cohésion entre revêtement et l'acier de la tôle. Dans une autre forme de l'invention, le traitement thermique peut être effectué localement, dans des zones fortement déformées.

[0020] Dans un exemple de réalisation, la tôle d'acier selon l'invention contenant 0,21% de carbone; 1,14% de manganèse; 0,020% de phosphore; 0,0038% de soufre; 0,25% de silicium; 0,040% d'aluminium; 0,009% de cuivre; 0,020% de nickel; 0,18% de chrome; 0,0040% d'azote; 0,032% de titane; 0,003% de bore; 0,0050% de calcium est revêtue d'une couche à base d'aluminium ayant environ 20 µm d'épaisseur.

[0021] Selon l'invention, la tôle, à l'état de livraison en bobine ou en feuilles, dont l'épaisseur peut être comprise entre 0,25 mm et 15 mm a de bonnes propriétés de mise en forme ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion ainsi qu'une bonne aptitude à la peinture et au collage.

[0022] La tôle, produit sidérurgique revêtu, présente une résistance importante à la corrosion à l'état de livraison, pendant la mise en forme et les traitements thermiques ainsi que pendant l'usage de la pièce finie. Après traitement thermique, on obtient une résistance mécanique importante pouvant dépasser 1500 MPa. La présence du revêtement lors du traitement thermique des pièces permet d'éviter toute décarburation du métal de base ainsi que toute oxydation. Cela est un avantage indéniable, notamment, dans le cas de la mise en forme à chaud. De plus, le chauffage de la pièce traitée ne nécessite pas un four ayant une atmosphère contrôlée pour éviter une décarburation.

[0023] Le traitement thermique du métal de la tôle consiste en un chauffage à une température comprise entre Ac1, température de début de transformation austénitique, par exemple, 750°C, et 1200°C, dans un four, pendant un temps qui est fonction de la température à atteindre et l'épaisseur de la tôle de la pièce. La composition est optimisée afin de limiter le grossissement des grains lors du traitement thermique. Si la structure visée est totalement martensitique, la température de maintien doit être supérieure à Ac3, par exemple 840°C, température de fin de formation austénitique. Le maintien en température doit être suivi d'un refroidissement adapté à la structure finale visée. Pour une structure totalement martensitique et pour un acier ayant la composition de l'exemple, la vitesse de refroidissement doit être supérieure à la vitesse critique de trempe qui est 27°C/s pour une austénitisation à 900°C pendant 5 mn, la tôle ayant une épaisseur de 1 mm environ.

[0024] Il est également possible d'obtenir des structures notamment, ferrito-bainitiques, ou ferrito-martensitiques, par un chauffage à une température comprise entre Ac1, par exemple, 750°C et Ac3, par exemple, 840°C suivi d'un refroidissement approprié. Suivant le niveau de résistance à atteindre et le traitement thermique appliqué, une ou plusieurs des ces phases sont présentes dans des proportions variables. Pour les niveaux de résistance les plus élevés, la structure est majoritairement composée de martensite.

[0025] Le chrome, le manganèse, le bore et le carbone sont ajoutés, dans la composition de l'acier selon l'invention, pour leur influence sur la trempabilité. De plus, le carbone permet d'atteindre de hautes caractéristiques mécaniques grâce à son effet sur la dureté de la martensite.

[0026] L'aluminium est introduit dans la composition afin de piéger l'oxygène et de protéger l'efficacité du bore.

[0027] Le titane dont le rapport de la teneur par rapport à la teneur en azote doit être supérieure à 3,42 est introduit afin d'éviter la combinaison du bore avec l'azote, l'azote étant combiné avec le titane.

[0028] Les éléments d'alliages, Mn, Cr, B, permettent une trempabilité autorisant la trempe dans les outils d'emboutissage ou l'utilisation de fluides de trempe peu sévères limitant la déformation des pièces lors du traitement thermique. De plus la composition selon l'invention est optimisée du point de vue de la soudabilité.

[0029] L'acier de la tôle peut subir un traitement de globulisation des sulfures effectué avec du calcium qui a pour effet d'améliorer la résistance à la fatigue de la tôle.

[0030] L'acier est particulièrement adapté pour la réalisation de pièces de structure et anti intrusion.

[0031] Le revêtement proposé permet d'éviter différentes opérations de préparation de surface comme pour les tôles en acier pour traitement thermique ne possédant pas de revêtement.

[0032] La modulation des paramètres de traitement thermique permet d'atteindre, avec une composition donnée, différents niveaux de résistance en tôle à chaud et en tôle à froid suivant l'épaisseur visée.

[0033] Lors du traitement thermique, le revêtement à base par exemple d'aluminium se transforme en une couche alliée au fer et comportant différentes phases dépendant du traitement thermique et présentant une grande dureté pouvant dépasser 600HV100g.

[0034] Le tableau suivant présente un exemple de résistance maximale de la tôle d'acier selon l'invention après traitement thermique.

Traitement thermique	Rm (Mpa)
850°C/5 mn	1695
900°C/5 mn	1675
950°C/5 mn	1665

Revendications

1. Tôle d'acier laminée à chaud, pouvant être éventuellement, ensuite, laminée à froid, revêtue, et traitée thermiquement, l'acier de la tôle ayant la composition pondérale suivante :
0,15% < carbone < 0,5%
0,5% < manganèse < 3%
0,1% < silicium < 0,5%
0,01% < chrome < 1%,
titane < 0,2%,
aluminium < 0,1%,
phosphore < 0,1%,
soufre < 0,05%,
0,0005% < bore < 0,08%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration.
2. Tôle revêtue selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition pondérale de la tôle est de préférence la suivante:
0,20% < carbone < 0,5%
0,8% < manganèse < 1,5%
0,1% < silicium < 0,35%
0,01% < chrome < 1%,
titane < 0,1%,
aluminium < 0,1%,
phosphore < 0,05%,
soufre < 0,03%,
0,0005% < bore < 0,01%, le solde étant du fer et des impuretés inhérentes à l'élaboration.
3. Tôle revêtue selon la revendication 1, caractérisée en ce que, dans la composition pondérale de la tôle, la teneur en titane par rapport à la teneur en azote est supérieure à 3,42, le bore ne pouvant plus être combiné à l'azote .
4. Tôle revêtue selon la revendication 1, caractérisée en ce que le bain métallique pour le revêtement comprend dans sa composition pondérale de base, de 9% à 10% de silicium, de 2% à 3,5% de fer, le solde étant de l'aluminium.
5. Tôle selon la revendication 1, caractérisée en ce que le bain métallique pour le revêtement comprend dans sa composition pondérale de base, de 2% à 4% de fer, le solde étant de l'aluminium.
6. Procédé de réalisation d'une pièce à partir de la tôle revêtue selon les revendications 1 à 5, caractérisé en ce que après mise en forme et avant traitement thermique, le revêtement de la pièce est soumis à une élévation de température à une vitesse supérieure à 5°C/ seconde pouvant dépasser 600°C/seconde.
7. Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que le traitement thermique consiste à réchauffer le

revêtement et la pièce à une température supérieure à 750°C.

8. Utilisation de la tôle d'acier laminée à chaud et pouvant être ensuite laminée à froid et revêtue, selon les revendications 1 à 5, pour des pièces de structure et /ou anti-intrusion ou de soubassement pour véhicule terrestre à moteur.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 99 40 1690

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 017 (C-796), 14 janvier 1991 (1991-01-14) & JP 02 263954 A (SUMITOMO METAL IND.LTD.), 26 octobre 1990 (1990-10-26) * abrégé *	1,2	C22C38/32
Y	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 457 (C-644), 16 octobre 1989 (1989-10-16) & JP 01 176056 A (AICHI STEEL WORKS LTD.), 12 juillet 1989 (1989-07-12) * abrégé *	1-3	
Y	--- US 5 178 688 A (YU ET AL.; SAMSUNG HEAVY INDUSTRIES) 12 janvier 1993 (1993-01-12) * le document en entier *	1-3	
Y	--- FR 2 625 227 A (INTRAVISS S.N.) 30 juin 1989 (1989-06-30) * revendications 1-3 *	1,2	
Y	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 18, no. 523 (C-1256), 4 octobre 1994 (1994-10-04) & JP 06 179944 A (NIPPON STEEL CORP.), 28 juin 1994 (1994-06-28) * abrégé *	1	C22C
Y	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 18, no. 004 (C-1149), 6 janvier 1994 (1994-01-06) & JP 05 247588 A (NIPPON STEEL CORP.), 24 septembre 1993 (1993-09-24) * abrégé *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		17 septembre 1999	Lippens, M
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03 82 (P4/C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 1690

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

17-09-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 02263954 A	26-10-1990	JP 2034275 C	19-03-1996
		JP 7062212 B	05-07-1995
JP 01176056 A	12-07-1989	JP 2686755 B	08-12-1997
US 5178688 A	12-01-1993	KR 9402139 B	18-03-1994
		DE 4143270 A	03-06-1993
		FR 2684392 A	04-06-1993
		GB 2261879 A,B	02-06-1993
		IT 1252862 B	28-06-1995
		JP 6093375 A	05-04-1994
FR 2625227 A	30-06-1989	AUCUN	
JP 06179944 A	28-06-1994	AUCUN	
JP 05247588 A	24-09-1993	AUCUN	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82