

# Europäisches Patentamt European Patent Office Office européen des brevets



(11) **EP 1 065 286 A1** 

(12)

# **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:

03.01.2001 Bulletin 2001/01

(51) Int Cl.7: **C21D 8/04**, C21D 9/48

(21) Numéro de dépôt: 00401869.3

(22) Date de dépôt: 30.06.2000

(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: 01.07.1999 FR 9908419

(71) Demandeur: SOLLAC S.A. 92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeur: Bouzekri, Mohamed 57120 Rombas (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) Tole d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage

(57) L'invention a pour objet une tôle d'acier à basse teneur en aluminium comprenant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables.

L'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ou des carbures epsilon précipités à basse tempéra-

ture, et présente un nombre de grains par mm<sup>2</sup> supérieur à 30000 ainsi que, à l'état vieilli, un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

 $(750 - Rm) / 16,5 \le A\% \le (850 - Rm) / 17,5$ 

Rm étant la résistance maximale à la rupture.

#### Description

20

30

35

45

50

**[0001]** La présente invention concerne le domaine des aciers pour application dans le domaine de l'emballage métallique, alimentaire, non alimentaire ou industriel.

**[0002]** Les aciers élaborés pour des utilisations propres à l'emballage métallique se différencient surtout des tôles minces par leurs caractéristiques physiques.

**[0003]** Les épaisseurs des tôles d'acier pour emballage varient de 0,12 mm à 0,25 mm pour la plus grande majorité des utilisations, mais peuvent atteindre des épaisseurs plus importantes, jusqu'à 0,49 mm pour des applications très particulières. C'est par exemple le cas de certains emballages non alimentaires, comme par exemple certains aérosols, ou le cas de certains emballages industriels. Elles peuvent également descendre jusqu'à 0,08 mm, par exemple dans le cas des barquettes alimentaires.

[0004] Les tôles d'acier pour emballage sont habituellement revêtues d'un revêtement métallique (étain, refondu ou non, ou chrome) sur lequel est généralement déposé un revêtement organique (vernis, encres, films plastiques).

[0005] Dans le cas des emballages deux pièces, ceux-ci sont réalisés par emboutissage sous serre-flan, ou par emboutissage/repassage pour les boites boissons, et sont généralement des boites axisymétriques, cylindriques ou tronconiques. Cependant, les emballagistes montrent un intérêt de plus en plus marqué pour des aciers d'épaisseurs toujours plus faibles, de 0,12 mm à 0,075 mm et, dans le souci de se différencier des concurrents, ils cherchent à innover dans des formes de plus en plus complexes. Aussi trouvons nous maintenant des boites de formes originales, fabriquées dans des tôles d'acier de faibles épaisseurs qui, bien que présentant de plus grandes difficultés de formage, doivent répondre aux critères d'utilisation (tenue mécanique de l'emballage, résistance à la charge axiale qu'ils subissent lors de leur entreposage en empilement, résistance à la surpression interne qu'ils subissent pendant le traitement thermique de stérilisation et à la dépression interne qu'ils subissent après le refroidissement) et donc présenter une très haute résistance mécanique.

**[0006]** Ainsi, la mise en oeuvre et la performance de ces emballages dépendent d'un certain nombre de caractéristiques mécaniques de l'acier :

- le coefficient d'anisotropie planaire  $\Delta c$  aniso,
- le coefficient de Lankford,
- la limite d'élasticité Re,
- la résistance maximale à la rupture Rm,
- l'allongement A%,
- l'allongement réparti Ag%.

**[0007]** Pour conférer à l'emballage une tenue mécanique équivalente à épaisseur d'acier inférieure, il est indispensable que la tôle d'acier présente une résistance maximale à rupture plus élevée.

**[0008]** Pour la réalisation d'emballages, il est connu d'utiliser des aciers à basse teneur en aluminium, et en particulier des aciers dits « aciers bas aluminium renitrurés ». Un tel acier est par exemple décrit dans le brevet français n° 95 11 113.

**[0009]** La teneur en carbone visée habituellement pour ce type d'acier est comprise entre 0,050% et 0,080%, la teneur en manganèse comprise entre 0,20 et 0,45%. La teneur en aluminium est contrôlée pour être inférieure à 0,020 % dans le but de conférer à la tôle d'acier une microstructure améliorée, une bonne propreté inclusionnaire, et par voie de conséquence des caractéristiques mécaniques élevées.

**[0010]** La teneur en azote est également contrôlée et est comprise entre 0,008 et 0,016 %. Cette teneur en azote est assurée par ajout en poche de cyanamide calcique lors de l'élaboration de l'acier, ou par soufflage d'azote gazeux dans le bain d'acier. L'intérêt connu de l'ajout d'azote est de durcir l'acier par effet de solution solide.

**[0011]** Ces tôles d'acier sont réalisées par laminage à froid d'une bande à chaud, avec un taux de laminage à froid compris entre 75% et plus de 90%, suivi d'un recuit en continu à une température comprise entre 640 et 700°C, et d'un second laminage à froid avec un taux d'allongement au cours de ce second laminage à froid variable entre 2% et 45% selon le niveau de résistance maximale à la rupture Rm visé.

**[0012]** Mais, pour les aciers à basse teneur en aluminium, des caractéristiques mécaniques élevées sont associées à une capacité d'allongement faible. Cette faible ductilité, outre le fait qu'elle est défavorable à la mise en forme de l'emballage, entraîne dans cette mise en forme un amincissement des parois qui va être défavorable aux performances de l'emballage.

**[0013]** Ainsi par exemple un acier « bas aluminium renitruré » présentant une résistance maximale à la rupture Rm de l'ordre de 550 MPa, présentera un taux d'allongement A% de l'ordre de 2 à 5% seulement.

**[0014]** La présente invention a pour but de proposer une tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage qui présente un taux d'allongement A% plus élevé que celui des aciers à basse teneur en aluminium de l'état de la technique, à niveau de résistance maximale à la rupture équivalente.

[0015] Pour obtenir ces caractéristiques, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'une bande d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, dans lequel :

- on approvisionne une bande d'acier laminée à chaud comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables,
- on effectue un premier laminage à froid de la bande,
- on soumet la bande laminée à froid à un recuit,

5

10

15

25

30

35

40

45

50

55

on effectue éventuellement un laminage à froid secondaire,

caractérisé en ce que le recuit est un recuit continu dont le cycle comporte :

- une montée en température jusqu'à une température supérieure à la température de début de transformation perlitique Ac<sub>1</sub>,
- un maintien de la bande au dessus de cette température pendant une durée supérieure à 10 secondes,
- un refroidissement rapide de la bande jusqu'à une température inférieure à 100°C à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C par seconde,
- un traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C pendant une durée supérieure à 10 secondes.
- 20 et un refroidissement jusqu'à la température ambiante.

[0016] Selon d'autres caractéristiques du procédé selon l'invention :

- après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, on effectue une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris entre 1 et 5%;
- la bande est maintenue au cours du recuit à une température comprise entre Ac<sub>1</sub> et 800°C, pendant une durée de 10 secondes à 2 minutes;
- la vitesse de refroidissement rapide est comprise entre 100°C par seconde et 500°C par seconde ;
- la bande est maintenue au cours du traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C, pendant une durée comprise entre 10 secondes et 2 minutes ;
- l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par planage sous traction ou par laminage.

**[0017]** L'invention concerne également une tôle d'acier à basse teneur en aluminium comprenant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, fabriquée selon le procédé ci-dessus, caractérisé en ce qu'elle présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

 $(750 - Rm) / 16,5 \le A\% \le (850 - Rm) / 17,5$ 

Rm étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

[0018] Selon d'autres caractéristiques de la tôle, l'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ou des carbures epsilon précipités à basse température, et présente un nombre de grains par mm² supérieur à 30000.

**[0019]** Les caractéristiques et avantages apparaîtront plus clairement dans la description qui suit, donnée uniquement à titre d'exemple, faite en référence aux figures jointes en annexe.

[0020] Les figures 1 et 2 sont des diagrammes montrant l'influence de la température de recuit sur la résistance maximale à rupture Rm.

[0021] La figure 3 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résistance maximale à rupture Rm.

**[0022]** La figure 4 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la résistance maximale à rupture Rm et le taux d'allongement A%.

[0023] La figure 5 est un diagramme montrant l'influence de la vitesse de refroidissement sur la dureté HR30T.

**[0024]** La figure 6 est un diagramme montrant l'influence du traitement thermique à basse température sur la résistance maximale à rupture Rm.

[0025] La figure 7 est un diagramme montrant l'influence du traitement thermique à basse température sur et le taux d'allongement A%.

[0026] La figure 8 est un diagramme montrant l'influence de la déformation plastique en allongement sur la résistance

maximale à rupture Rm.

10

15

35

40

45

50

55

**[0027]** Plusieurs essais ont été réalisés, tout d'abord en laboratoire puis en conditions industrielles, pour valider les caractéristiques de l'invention. Les résultats complets de deux de ces essais vont maintenant être décrits.

[0028] Ces essais concernent deux bobines à froid en acier à basse teneur en aluminium, dont les caractéristiques sont reproduites dans le tableau 1 ci-après.

Tableau 1

	Teneurs (10 <sup>-3</sup> %)				Laminage à chaud			Laminage à froid	
	С	Mn	Al	N	TFL (°C)	Tbob (°C)	Ep (mm)	T réd. (%)	Ep (mm)
Α	59	345	15	10,5	842	598	2,06	91,2	0,18
В	66	309	17	12	841	587	2,00	87	0,28

**[0029]** Dans la première colonne, on a repéré la bobine ; dans les deuxième à cinquième colonnes, on a indiqué en 10<sup>-3</sup> % poids les teneurs des constituants principaux ayant une importance. Les sixième à huitième colonnes concernent les conditions de laminage à chaud : dans la sixième colonne, on a indiqué la température de fin de laminage à chaud ; dans la septième colonne, la température de bobinage ; dans la huitième colonne, l'épaisseur de la bande à chaud. Enfin les colonnes neuf et dix concernent les conditions de laminage à froid : dans la neuvième colonne, on a indiqué le taux de réduction du laminage à froid et dans la dixième colonne, l'épaisseur finale de la bande à froid.

[0030] Ces deux bandes standard ont fait l'objet de recuits différenciés suivi de second laminages à froid également différenciés.

[0031] Les températures de maintien au recuit ont varié de 650°C à 800°C, les vitesses de refroidissement ont varié de 40°C/s à 400°C/s, les températures de recuit à basse température ont varié de 150 à 350°C, et les taux d'allongement au second laminage ont varié de 1% à 42%, avec ou sans déformation plastique en alllongement intermédiaire. [0032] Outre les examens micrographiques, la caractérisation du métal issu de ces différents essais a consisté d'une part à faire des tractions sur des éprouvettes ISO 12,5x50 dans le sens du laminage et en sens travers, à l'état frais et à l'état vieilli après vieillissement à 200°C pendant 20 minutes, d'autre part de déterminer la dureté HR30T également à l'état frais et à l'état vieilli.

**[0033]** Ces essais ont permis de démontrer qu'il est possible d'augmenter considérablement la résistance maximale à la rupture Rm pour le même acier à basse teneur en aluminium, à taux d'allongement au second laminage à froid identique, si on pratique entre les deux laminages à froid un recuit continu selon les conditions de l'invention.

[0034] Dit autrement, ces essais ont permis de démontrer qu'il est possible d'augmenter considérablement la ductilité A% pour le même acier à basse teneur en aluminium, à résistance maximale à la rupture Rm identique, si on pratique entre les deux laminages à froid un recuit continu selon les conditions de l'invention, car le même niveau de Rm est atteint avec un taux d'allongement plus faible au cours du second laminage. Ainsi, il devient possible de réaliser des qualités d'acier à basse teneur en aluminium avec un niveau de Rm de l'ordre de 380 MPa sans nécessiter de second laminage après recuit, sauf peut être une opération d'écrouissage léger appelé skin-pass qui permet de supprimer le palier de limite d'élasticité présent sur le métal en sortie du recuit.

# Incidence de la composition de l'acier

[0035] Comme indiqué précédemment, l'invention ne se situe pas dans la composition de l'acier, qui est un acier à basse teneur en aluminium standard.

[0036] Comme tous les aciers à basse teneur en aluminium renitrurés, ce sont essentiellement les teneurs en aluminium et en azote qui sont importantes :

- l'aluminium est utilisé pour calmer l'acier. Il est limité à 0,020% dans le but de conférer à la tôle d'acier une microstructure améliorée, une bonne propreté inclusionnaire, et part voie de conséquence des caractéristiques mécaniques élevées;
- la teneur en azote est également contrôlée et est comprise entre 0,008 et 0,016 %. Cette teneur en azote est assurée par ajout en poche de cyanamide calcique lors de l'élaboration de l'acier, ou par soufflage d'azote gazeux dans le bain d'acier. L'intérêt connu de l'ajout d'azote est de durcir l'acier par effet de solution solide.

[0037] Le carbone et le manganèse sont également deux éléments qu'il convient de contrôler.

- la teneur en carbone visée habituellement pour ce type d'acier est comprise entre 0,050% et 0,080%;
- la teneur en manganèse est comprise entre 0,25 et 0,40%.

#### Incidence des conditions de dénaturation à chaud

[0038] Les aciers à basse teneur en aluminium renitrurés recuits en continu sont généralement laminés à une température supérieure à Ar<sub>3</sub>.

- **[0039]** Le paramètre essentiel est la température de bobinage, et on préfère un bobinage froid, entre 500 et 620°C. En effet, le bobinage chaud, à une température supérieure à 650°C présente deux inconvénients :
  - il génère des hétérogénéités de caractéristiques mécaniques en liaison avec les différences de vitesses de refroidissement entre le coeur et les extrémités de la bande ;
  - il induit un risque de croissance anormale des grains, laquelle peut se produire pour certains couples (température de fin de laminage, température de bobinage) et peut constituer un défaut rédhibitoire aussi bien en tôle à chaud qu'en tôle à froid.

[0040] Néanmoins un bobinage chaud peut être effectué en pratiquant par exemple un bobinage sélectif : la température est plus élevée en extrémités de la bande.

#### Incidence des conditions de laminage à froid

[0041] De par les faibles épaisseurs finales à réaliser, le domaine du taux de réduction à froid s'étend de 75% à plus de 90%.

**[0042]** Les facteurs principaux qui interviennent dans la définition du taux de réduction à froid sont bien évidemment l'épaisseur finale du produit, et sur ce point on peut jouer sur l'épaisseur du produit à chaud, ainsi que des considérations métallurgiques.

[0043] Les considérations métallurgiques sont basées sur l'incidence du taux de réduction à froid sur l'état microstructural, et par voie de conséquence sur les caractéristiques mécaniques après recristallisation et recuit. Ainsi plus le taux de réduction à froid augmente, plus la température de recristallisation est faible, plus les grains sont faibles et plus Re et Rm sont élevés. En particulier, le taux de réduction a une incidence très forte sur le coefficient de Lankford.

[0044] Dans le cas d'exigences en termes de cornes d'emboutissage, il convient par exemple d'optimiser la nuance d'acier et surtout la teneur en carbone, et le taux de réduction du laminage à froid avec la dureté ou les caractéristiques mécaniques souhaitées pour obtenir un métal dit « métal sans cornes ».

#### Incidence du recuit

10

15

20

30

35

45

50

**[0045]** Une caractéristique importante de l'invention réside dans la température de recuit. Il est important que la température de recuit soit supérieure au point de début de transformation perlitique Ac<sub>1</sub> (de l'ordre de 720°C pour ce type d'acier).

[0046] Une autre caractéristique importante de l'invention réside dans la vitesse de refroidissement qui doit être supérieure à 100°C/s.

**[0047]** Au cours du maintien de la bande à une température supérieure à  $Ac_1$ , il se forme de l'austénite, riche en carbone. Le refroidissement rapide de cette austénite permet de maintenir une certaine quantité de carbone et d'azote à l'état libre.

**[0048]** Il est donc important de réaliser un refroidissement rapide, compris entre 100 et 500°C/s au moins jusqu'à une température inférieure à 100°C. Si le refroidissement rapide est arrêté avant 100°C, les atomes de carbone et d'azote libres vont pouvoir se combiner et l'effet recherché ne sera pas atteint. Il est bien évident qu'un refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante est possible.

**[0049]** Il est également possible d'effectuer un refroidissement à une vitesse supérieure à 500°C/s, mais la Demanderesse a constaté que au delà de 500°C/s, l'influence d'une augmentation de la vitesse de refroidissement n'est plus très significative.

**[0050]** Ce recuit à haute température avec refroidissement rapide est suivi d'une traitement thermique à basse température, que l'on pourrait qualifier de traitement thermique de pseudo-survieillissement.

**[0051]** La caractéristique essentielle de ce traitement thermique à basse température réside dans la température de maintien de la bande, qui doit être comprise entre 100 et 350°C. Les vitesses de montée en température et de refroidissement au cours de ce traitement thermique à basse température ont peu d'importance.

**[0052]** Ce traitement thermique à basse température a pour but de faire précipiter les atomes de carbone libres sous forme de précipités fins et dispersés de carbures basse température et/ou de carbures epsilon. Il permet également la ségrégation des atomes de carbone et d'azote libres au niveau des dislocations pour former des atmosphères de COTTRELL.

[0053] Les figures 1 et 2 présentent l'influence de la température de recuit à vitesse de refroidissement constante

(Visée 100°C/s et réalisée 73 à 102°C/s sur la figure 1 ; Visée 300°C/s et réalisée 228 à 331°C/s sur la figure 2) sur la résistance maximale à la rupture Rm.

[0054] On constate sur ces figures une nette augmentation de Rm à taux d'allongement du second laminage identique pour les aciers recuits à 750°C et à 800°C par rapport au même acier recuit à 650°C.

**[0055]** Toutefois, cette influence de la température de recuit sur la résistance maximale à la rupture Rm n'est pas très perceptible pour des taux d'allongement au second laminage à froid inférieurs à 3%. Elle ne devient vraiment significative qu'à partir de 5% d'allongement au second laminage à froid.

**[0056]** Une température trop élevée, supérieure à 800°C, entraîne une précipitation, au moins partielle de l'azote sous la forme de nitrures d'aluminium. Cet azote précipité ne participe plus au durcissement de l'acier, ce qui a pour effet une baisse de la résistance maximale à la rupture Rm. Ce phénomène est entrevu sur la figure 2 sur laquelle on remarque, pour des taux d'allongement supérieurs à 10 %, une baisse de l'augmentation de la résistance maximale à la rupture Rm entre l'échantillon recuit à 750°C et l'échantillon recuit à 800°C.

[0057] Le temps de maintien de la bande entre  $Ac_1$  et  $800^{\circ}$ C doit être suffisant pour remettre tout le carbone correspondant à l'équilibre en solution. Un maintien pendant 10 secondes est suffisant pour s'assurer cette remise en solution de la quantité de carbone correspondant à l'équilibre pour les aciers dont la teneur en carbone est comprise entre 0,020 et 0,035%, et un maintien au delà de 2 minutes, bien que possible, est inutile et coûteux.

**[0058]** Les figures 3 et 4 présentent l'influence de la vitesse de refroidissement à température de recuit constante (750°C) maintenue pendant 20 secondes.

**[0059]** Comme on peut le voir sur la figure 3, à 10% d'allongement au second laminage à froid, la résistance maximale à la rupture Rm de l'acier est égale à environ 560 MPa si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'elle n'atteint que 505 MPa si la vitesse de refroidissement est égale à 50°C/s.

**[0060]** On peut donc réaliser un acier à basse teneur en aluminium dont la valeur de Rm est égale à 560 MPa avec seulement 10% d'allongement au second laminage à froid si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'il faut effectuer un second laminage à froid avec un taux d'allongement de 17 % si la vitesse de refroidissement n'est que de 50°C/s.

**[0061]** Ce plus faible taux d'allongement au second laminage à froid permet de moins dégrader la ductilité de l'acier. On voit ainsi sur la figure 4 que l'acier dont Rm est égal à 560 MPa présente une ductilité A% égale à 12,5 lorsque la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s, alors qu'elle est égale à 5,5 lorsque la vitesse de refroidissement est égal à 50°C/s.

**[0062]** Cette constatation est également valable sur la dureté de l'acier. Comme on le voit sur la figure 5, pour un même taux d'allongement au second laminage à froid, la dureté de l'acier augmente si la vitesse de refroidissement est égale à 100°C/s. Cette augmentation de la dureté est due à une teneur en carbone libre plus élevée et/ou à la présence des précipités fins et dispersés.

[0063] Comme on peut le voir sur la figure 6, pour un acier recuit pendant 20 secondes à 750°C et refroidi avec une vitesse de refroidissement égale à 100°C/s puis laminé à froid avec un taux d'allongement égal à 10%, la résistance maximale à la rupture Rm augmente si on effectue un traitement thermique à basse température après le recuit à haute température. Ainsi, par exemple, pour l'acier A, le traitement thermique à 150°C permet d'augmenter la valeur de Rm d'environ 50 MPa avec un taux de laminage à froid secondaire égale à 10% par rapport au même acier n'ayant pas subi de traitement thermique à basse température et ayant subi un laminage à froid secondaire avec un taux d'allongement égal à 18% (Rm = 560 MPa sans traitement thermique à basse température après recuit à haute température, et Rm = 590 MPa après traitement thermique à 150°C).

[0064] On constate sur cette figure que la résistance maximale à la rupture Rm diminue quand la température du traitement thermique dépasse 300°C. Par exemple, après traitement thermique à 350°C, la valeur de Rm est seulement égale en moyenne à 540 MPa, ce qui représente une baisse de 20 MPa par rapport au même acier obtenu sans traitement thermique à basse température, à la différence de taux d'allongement au cours du laminage à froid secondaire près. Cette diminution de Rm avec la température du traitement thermique est due à une précipitation du carbone sous la forme de cémentite.

[0065] Comme on le voit sur la figure 7, le traitement thermique à basse température permet également d'augmenter le taux d'allongement A%, qui passe ainsi de 4,8% à une moyenne de 9%, toutes conditions égales par ailleurs.

#### Incidence de la déformation plastique en allongement

20

30

35

45

50

**[0066]** Il est possible d'accroitre encore le phénomène de durcissement de l'acier en effectuant, après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris entre 1 et 5%.

**[0067]** Cette déformation plastique crée des dislocations sur lesquelles vont se former, au cours du traitement thermique à basse température, des atmosphères de COTTRELL, c'est à dire des accumulations d'atomes de carbone et d'azote libres autour des dislocations engendrées par la déformation plastique, et/ou des carbures epsilon. Ainsi, à la

suite du traitement thermique à basse température, les dislocations engendrées par la déformation du matériau seront immobilisées ou ancrées par ces atmosphères de COTTRELL ce qui a pour effet un durcissement de l'acier.

[0068] Comme on le voit sur la figure 8, à taux d'allongement total identique, la résistance à la rupture Rm de l'acier A augmente significativement si on effectue une petite déformation plastique en allongement, entre le recuit à haute température et le traitement thermique à basse température. Par exemple, on voit que pour un taux d'allongement total égal à 15% réalisé en une seule fois après traitement thermique à basse température, la valeur de Rm est égale à 660 MPa. En revanche, si on effectue une déformation plastique intermédiare avec un taux d'allongement égal à 1%, le taux d'allongement total restant égal à 15% (ce qui signifie que l'on diminue le taux d'allongement au cours du laminage à froid secondaire), la valeur de Rm est égale à 672 MPa. Elle atteint 700 MPa avec un taux de déformation plastique intérmédiaire égal à 3%.

[0069] Cette déformation plastique intermédiaire en allongement peut être effectuée par planage sous traction ou par laminage.

**[0070]** Les analyses micrographiques des échantillons ont permis de constater que le nombre de grains par mm<sup>2</sup> est plus important (supérieur à 30000).

**[0071]** Ainsi ce procédé de fabrication permet de réaliser un acier à basse teneur en aluminium pour emballage, comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014 % d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, qui présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

 $(750 - Rm) / 16,5 \le A\% \le 850 - Rm) / 17,5$ 

Rm étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

Revendications

20

35

40

45

50

- 1. Procédé de fabrication d'une bande d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, dans lequel :
- on approvisionne une bande d'acier laminée à chaud comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014% d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables,
  - on effectue un premier laminage à froid de la bande,
  - on soumet la bande laminée à froid à un recuit,
  - on effectue éventuellement un laminage à froid secondaire,

caractérisé en ce que le recuit est un recuit continu dont le cycle comporte :

- une montée en température jusqu'à une température supérieure à la température de début de transformation perlitique Ac<sub>1</sub>,
- un maintien de la bande au dessus de cette température pendant une durée supérieure à 10 secondes,
- un refroidissement rapide de la bande jusqu'à une température inférieure à 100°C à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C par seconde,
- un traitement thermique à basse température comprise entre 100°C et 300°C pendant une durée supérieure à 10 secondes,
- et un refroidissement jusqu'à la température ambiante.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, après refroidissement rapide de la bande et avant traitement thermique à basse température, on effectue une opération de déformation plastique en allongement de la bande avec un taux d'allongement compris entre 1 et 5%.
- 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la bande est maintenue au cours du recuit à une température comprise entre Ac<sub>1</sub> et 800°C, pendant une durée de 10 secondes à 2 minutes.
- <sup>55</sup> **4.** Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de refroidissement rapide est comprise entre 100°C par seconde et 500°C par seconde.
  - 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la bande est maintenue au cours du traitement thermique

à basse température comprise entre 100°C et 300°C, pendant une durée comprise entre 10 secondes et 2 minutes.

- **6.** Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par planage sous traction.
- 7. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'opération de déformation plastique en allongement de la bande est effectuée par laminage.
- 8. Tôle d'acier à basse teneur en aluminium pour emballage, comportant en poids entre 0,050 et 0,080 % de carbone, entre 0,25 et 0,40 % de manganèse, moins de 0,020 % d'aluminium, entre 0,010 et 0,014 % d'azote, le reste étant du fer et des impuretés résiduelles inévitables, fabriquée selon le procédé des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'elle présente à l'état vieilli un taux d'allongement A% satisfaisant la relation :

$$(750 - Rm) / 16,5 \le A\% \le 850 - Rm) / 17,5$$

Rm étant la résistance maximale à la rupture de l'acier, exprimée en MPa.

**9.** Tôle d'acier selon la revendication 8, caractérisée en ce que l'acier comporte des atmosphères de COTTRELL et/ ou des carbures epsilon précipités à basse température, et présente un nombre de grains par mm² supérieur à 30000.

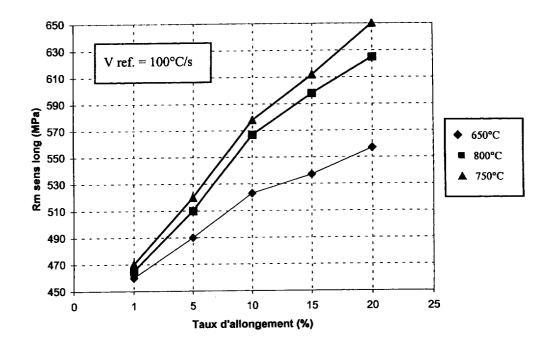
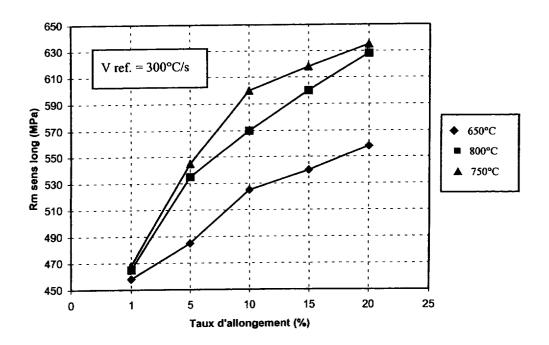


FIG. 1



**FIG. 2** 

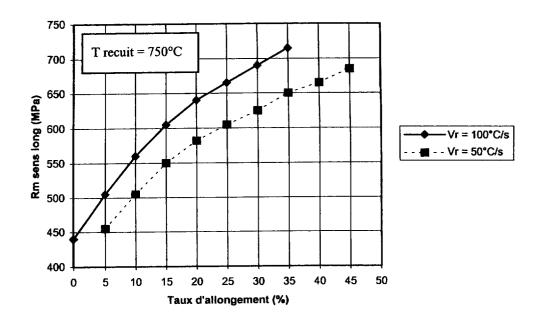


FIG. 3

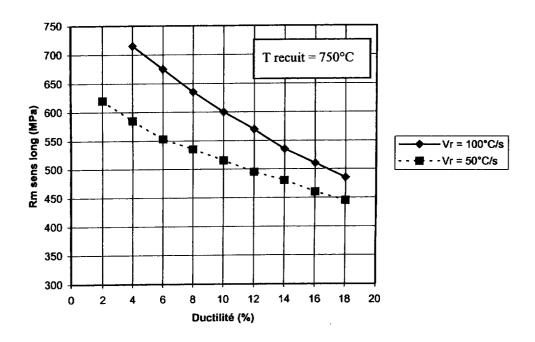


FIG. 4

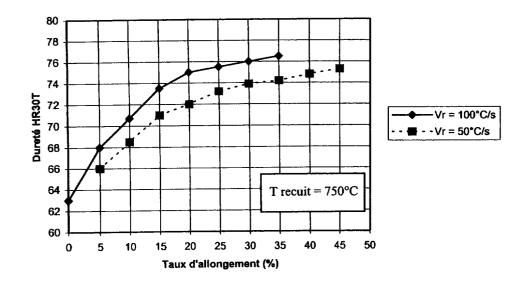


FIG. 5

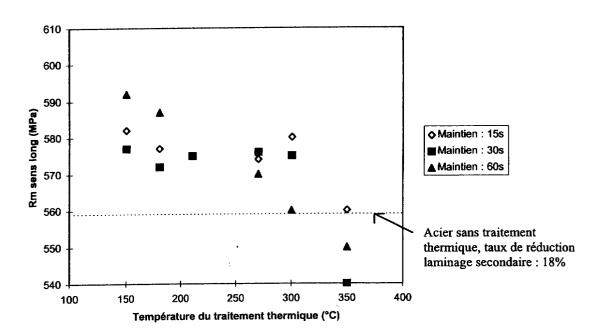
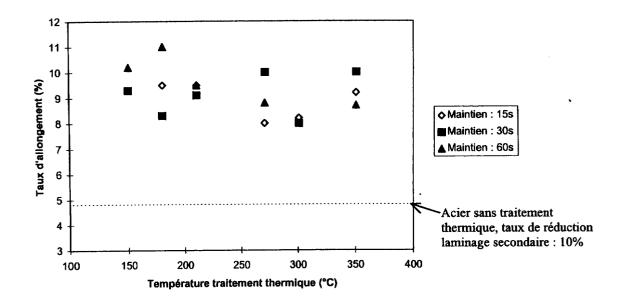


FIG. 6



**FIG. 7** 

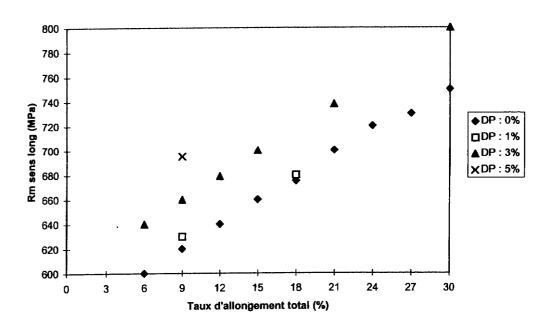


FIG. 8



# Office européen RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande EP 00 40 1869

Catégorie	Citation du document avec indicatio des parties pertinentes	n, en cas de besoin,	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X	FR 2 291 277 A (NIPPON K 11 juin 1976 (1976-06-11 * revendication 1; table	)	1	C21D8/04 C21D9/48
A	EP 0 906 961 A (LORRAINE 7 avril 1999 (1999-04-07			
A,D	EP 0 764 725 A (LORRAINE 26 mars 1997 (1997-03-26			
A	EP 0 073 092 A (KAWASAKI 2 mars 1983 (1983-03-02)	STEEL CO)		
A	GB 1 013 257 A (BRITTISH RESEARCH ASSOCIATION) 15 décembre 1965 (1965-1			
				DOMAINES TECHNIQUES
				RECHERCHES (Int.Cl.7)
	ésent rapport a été établi pour toutes les r			
ι	LA HAYE	ate d'achèvement de la recherche 16 octobre 2000	) Mol	Examinateur
X : parti Y : parti	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITES iculièrement pertinent à lui seul culièrement pertinent en combinaison avec un e document de la même catégorie	E : document de		

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

EP 00 40 1869

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 members 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.

16-10-2000

Document brevet cité au rapport de recherche			Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR	2291277	A	11-06-1976	JP 1054645 C JP 51057623 A JP 55048575 B BE 835666 A BR 7507609 A CA 1054495 A DE 2551791 A GB 1514270 A	23-07-19 20-05-19 06-12-19 16-03-19 03-08-19 15-05-19 20-05-19 14-06-19
EP	0906961	A .	07-04-1999	US 4050959 A FR 2769251 A CA 2246591 A	27-09-19  09-04-19 03-04-19
EP	0764725	Α	26-03-1997	FR 2739105 A	28-03-19
EP	0073092	Α	02-03-1983	JP 58027933 A JP 61016323 B AU 527182 B DE 3265188 D NO 822343 A,B, US 4561909 A	18-02-19 30-04-19 17-02-19 12-09-19 14-02-19 31-12-19
GB	 1013257	Α		AUCUN	

**EPO FORM P0460** 

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