



(11) **EP 1 832 667 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**12.09.2007 Bulletin 2007/37**

(51) Int Cl.:  
**C22C 38/02** (2006.01) **C22C 38/04** (2006.01)  
**C22C 38/06** (2006.01) **C22C 38/34** (2006.01)  
**C22C 38/38** (2006.01) **C21D 1/19** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **06290386.9**

(22) Date de dépôt: **07.03.2006**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI SK TR**  
Etats d'extension désignés:  
**AL BA HR MK YU**

- **Couturier, Audrey**  
**57000 Metz (FR)**
- **Iung, Thierry**  
**54800 Jarny (FR)**
- **Colin, Christine**  
**57280 Maizieres les Metz (FR)**

(71) Demandeur: **ARCELOR France**  
**93212 La Plaine Saint Denis Cedex (FR)**

(74) Mandataire: **Plaisant, Sophie Marie et al**  
**ARCELOR France**  
**Arcelor Research Intellectual Property**  
**5 rue Luigi Cherubini**  
**93212 La Plaine Saint-Denis Cedex (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Allain, Sébastien**  
**57050 Metz (FR)**

(54) **Procédé de fabrication de tôles d'acier à très hautes caractéristiques de résistance, de ductilité et de tenacité, et tôles ainsi produites**

(57) L'invention concerne une tôle d'acier laminée à chaud de résistance supérieure à 1200 MPa, de rapport Re/Rm inférieur à 0,75, d'allongement à rupture supérieur à 10%, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids: 0,10% ≤ C ≤ 0,25%, 1% ≤ Mn ≤ 3%, Al ≥ 0,015 %, Si ≤ 1,985%, Mo ≤ 0,30%, Cr ≤ 1,5%, S ≤ 0,015%, P ≤ 0,1%, B ≤ 0,005%, étant entendu que

1% ≤ Si+Al ≤ 2%, Cr+(3 x Mo) ≥ 0,3%, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure de l'acier étant constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%

**EP 1 832 667 A1**

## Description

**[0001]** L'invention concerne la fabrication de tôles laminées à chaud d'aciers dits « multiphasés », présentant simultanément une très haute résistance et une capacité de déformation permettant de réaliser des opérations de mise en forme à froid. L'invention concerne plus précisément des aciers à microstructure majoritairement bainitique présentant une résistance supérieure à 1200 MPa et un rapport limite d'élasticité/résistance inférieur à 0,75. Le secteur automobile et l'industrie générale constituent notamment des domaines d'application de ces tôles d'aciers laminées à chaud.

**[0002]** Il existe en particulier dans l'industrie automobile un besoin continu d'allègement des véhicules et d'accroissement de la sécurité. C'est ainsi que l'on a proposé plusieurs familles d'aciers offrant différents niveaux de résistance :

**[0003]** On a tout d'abord proposé des aciers comportant des éléments de micro-alliage dont le durcissement est obtenu simultanément par précipitation et par affinement de la taille de grains. Le développement de ces aciers a été suivi par celui d'aciers « Dual-Phase » où la présence de martensite au sein d'une matrice ferritique permet d'obtenir une résistance supérieure à 450MPa associée à une bonne aptitude au formage à froid.

**[0004]** Dans le but d'obtenir des niveaux de résistance encore supérieurs, on a développé des aciers présentant un comportement « TRIP » (Transformation Induced Plasticity) avec des combinaisons de propriétés (résistance-aptitude à la déformation) très avantageuses : ces propriétés sont liées à la structure de ces aciers constituée d'une matrice ferritique comportant de la bainite et de l'austénite résiduelle. L'austénite résiduelle est stabilisée grâce à une addition de silicium ou d'aluminium, ces éléments retardant la précipitation des carbures dans l'austénite et dans la bainite. La présence d'austénite résiduelle confère une ductilité élevée à une tôle non déformée. Sous l'effet d'une déformation ultérieure, par exemple lors d'une sollicitation uniaxiale, l'austénite résiduelle d'une pièce en acier TRIP se transforme progressivement en martensite, ce qui se traduit par une consolidation importante et retarde l'apparition d'une striction.

**[0005]** Pour atteindre une résistance encore plus élevée, c'est à dire un niveau supérieur à 800-1000 MPa, on a développé des aciers multiphasés à structure majoritairement bainitiques : dans l'industrie automobile ou dans l'industrie générale, ces aciers sont utilisés avec profit pour des pièces structurales telles que traverses de pare-chocs, montants, renforts divers, pièces d'usures résistantes à l'abrasion. L'aptitude à la mise en forme de ces pièces requiert cependant simultanément un allongement suffisant, supérieur à 10% ainsi qu'un rapport (limite d'élasticité/résistance) pas trop élevé de façon à disposer d'une réserve de plasticité suffisante.

**[0006]** Le brevet US 6,364,968 décrit la fabrication de tôles laminées à chaud micro-alliées au niobium ou au titane, d'une résistance supérieure à 780MPa de structure bainitique ou bainito-martensitique comportant au moins 90% de bainite avec une taille de grain inférieure à 3 micromètres : les exemples de réalisation dans le brevet montrent que la résistance obtenue dépasse à peine 1200MPa, conjointement à un rapport  $R_e/R_m$  supérieur à 0,75. On note également que les carbures présents dans ce type de structure très majoritairement bainitique conduisent à un endommagement mécanique en cas de sollicitation, par exemple dans des essais d'expansion de trous.

**[0007]** Le brevet US 4,472,208 décrit également la fabrication de tôles d'acier laminées à chaud micro-alliées au titane à structure majoritairement bainitique, comprenant au moins 10% de ferrite, et préférentiellement 20 à 50% de ferrite, ainsi qu'une précipitation de carbures de titane TiC. En raison de l'importante quantité de ferrite, la résistance des nuances fabriquées selon cette invention est cependant inférieure à 1000MPa, valeur qui peut être insuffisante pour certaines applications.

**[0008]** Le brevet JP2004332100 décrit la fabrication de tôles laminées à chaud à résistance supérieure à 800 MPa, à structure majoritairement bainitique, contenant moins de 3% d'austénite résiduelle. Afin d'obtenir des valeurs élevées de résistance, des additions coûteuses de niobium doivent cependant être effectuées.

**[0009]** Le brevet JP2004190063 décrit la fabrication de tôles d'acier laminées à chaud à haute résistance dont le produit résistance-allongement est supérieur à 20000 MPa.%, et contenant de l'austénite. Ces aciers contiennent cependant des additions coûteuses de cuivre, en relation avec la teneur en soufre.

**[0010]** La présente invention a pour but de résoudre les problèmes évoqués ci-dessus. Elle vise à mettre à disposition un acier laminé à chaud présentant une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa conjointement avec une bonne formabilité à froid, un rapport  $R_e/R_m$  inférieur à 0,75, un allongement à rupture supérieur à 10%. L'invention vise également à mettre à disposition un acier peu sensible à l'endommagement lors de la découpe par un procédé mécanique.

**[0011]** Elle vise également à disposer d'un acier présentant une bonne ténacité de façon à résister à la propagation brutale d'un défaut, notamment en cas de sollicitation dynamique. On recherche une énergie de rupture Charpy V supérieure à 28 Joules à 20°C. Elle vise également à disposer d'un acier présentant une bonne aptitude au soudage au moyen des procédés d'assemblage usuels dans une gamme d'épaisseur allant de 1 à plus de 30 millimètres, notamment lors du soudage par résistance par points ou à l'arc, en particulier en soudage MAG (« Metal Active Gas »). L'invention vise également à mettre à disposition un acier dont la composition ne comporte pas d'élément de micro-alliage coûteux tels que le titane, le niobium ou le vanadium. De la sorte, le coût de fabrication est abaissé et les schémas de fabrication thermomécaniques sont simplifiés. Elle vise encore à mettre à disposition un acier présentant une limite d'endurance en fatigue très élevée. L'invention vise de plus à mettre à disposition un procédé de fabrication dont de faibles variations des paramètres n'entraînent pas de modifications importantes de la microstructure ou des propriétés

mécaniques.

**[0012]** Dans ce but, l'invention a pour objet une tôle d'acier laminée à chaud de résistance supérieure à 1200 MPa, de rapport  $Re/R_m$  inférieur à 0,75, d'allongement à rupture supérieur à 10%, dont la composition contient, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,10\% \leq C \leq 0,25\%$ ,  $1\% \leq Mn \leq 3\%$ ,  $Al \geq 0,015\%$ ,  $Si \leq 1,985\%$ ,  $Mo \leq 0,30\%$ ,  $Cr \leq 1,5\%$ ,  $S \leq 0,015\%$ ,  $P \leq 0,1\%$ ,  $Co \leq 1,5\%$ ,  $B \leq 0,005\%$ , étant entendu que  $1\% \leq Si + Al \leq 2\%$ ,  $Cr + (3 \times Mo) \geq 0,3\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure de l'acier étant constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%.

**[0013]** Préférentiellement, la teneur en carbone de la tôle d'acier est telle que :  $0,10\% \leq C \leq 0,15\%$ .

**[0014]** Préférentiellement encore, la teneur en carbone est telle que :  $0,15\% < C \leq 0,17\%$ .

**[0015]** Selon un mode préféré, la teneur en carbone est telle que :  $0,17\% < C \leq 0,22\%$ .

**[0016]** Préférentiellement, la teneur en carbone est telle que :  $0,22\% < C \leq 0,25\%$ .

**[0017]** Selon un mode de réalisation préféré, la composition de l'acier comprend :  $1\% \leq Mn \leq 1,5\%$ .

**[0018]** Préférentiellement encore, la composition de l'acier est telle que :  $1,5\% < Mn \leq 2,3\%$ .

**[0019]** A titre préférentiel, la composition de l'acier comprend :  $2,3\% < Mn \leq 3\%$ .

**[0020]** Selon un mode préféré, la composition de l'acier comprend :  $1,2\% \leq Si \leq 1,8\%$ .

**[0021]** Préférentiellement, la composition de l'acier comprend :  $1,2\% \leq Al \leq 1,8\%$ .

**[0022]** Selon un mode préféré, la composition de l'acier est telle que :  $Mo \leq 0,010\%$ .

**[0023]** L'invention a également pour objet une tôle d'acier dont la teneur en carbone de l'austénite résiduelle est supérieure à 1% en poids.

**[0024]** L'invention a également pour objet une tôle d'acier, comportant des carbures entre les lattes de bainite, dont le nombre N de carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface est inférieur ou égal à 50000/mm<sup>2</sup>.

**[0025]** L'invention a également pour objet une tôle d'acier comportant des îlots de martensite-austénite résiduelle, dont le nombre  $N_{MA}$  par unité de surface, d'îlots martensite-austénite résiduelle dont la taille maximale  $L_{max}$  est supérieure

à 2 micromètres et dont le facteur d'élongation  $\frac{L_{max}}{L_{min}}$  est inférieur à 4, est inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>.

**[0026]** L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud de résistance supérieure à 1200 MPa, de rapport  $Re/R_m$  inférieur à 0,75, d'allongement à rupture supérieur à 10%, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition ci-dessus
- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier
- on porte le demi-produit à une température supérieure à 1150°C
- on lamine à chaud le demi-produit dans un domaine de température où la structure de l'acier est entièrement austénitique,
- puis on refroidit la tôle ainsi obtenue à partir d'une température  $T_{DR}$  située au dessus de  $Ar_3$  jusqu'à une température de transformation  $T_{FR}$  de telle sorte que la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$  soit comprise entre 50 et 90°C/s et que la température  $T_{FR}$  soit comprise entre  $B'_S$  et  $M_S + 50^\circ C$ ,  $B'_S$  désignant une température définie par rapport à la température  $B_s$  de début de transformation bainitique, et  $M_S$  désignant la température de début de transformation martensitique, puis
- on refroidit la tôle à partir de la température  $T_{FR}$  avec une vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$  comprise entre 0,08°C/min et 600°C/min jusqu'à la température ambiante,
- la température  $B'_s$  étant égale à  $B_s$  lorsque la vitesse  $V'_R$  est supérieure ou égale à 0,08°C/min et inférieure ou égale à 2°C/min
- la température  $B'_s$  étant égale à  $B_s + 60^\circ C$  lorsque la vitesse  $V'_R$  est supérieure à 2°C/min et inférieure ou égale à 600°C/min

**[0027]** L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud selon lequel

- on approvisionne un acier de composition ci-dessus
- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier
- on porte le demi-produit à une température supérieure à 1150°C
- on lamine à chaud le demi-produit dans un domaine de température où la structure de l'acier est entièrement austénitique,
- on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de  $Ar_3$ , la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement

dissement secondaire  $V'_R$  de telle sorte que la microstructure de l'acier soit constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%.

**[0028]** L'invention a également pour objet un procédé de fabrication selon lequel on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de  $Ar_3$ , la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que la teneur en carbone de l'austénite résiduelle soit supérieure à 1% en poids.

**[0029]** L'invention a également pour objet un procédé selon lequel on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de  $Ar_3$ , la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$  de telle sorte que le nombre de carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface soit inférieur ou égal à 50000/mm<sup>2</sup>.

**[0030]** L'invention a également pour objet un procédé selon lequel on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de  $Ar_3$ , la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que le nombre  $N_{MA}$  par unité de surface, d'îlots martensite-austénite résiduelle dont la taille maximale  $L_{max}$  est supérieure à 2 micromètres et

dont le facteur d'élongation  $\frac{L_{max}}{L_{min}}$  est inférieur à 4, soit inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>.

**[0031]** L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier laminée à chaud selon les caractéristiques décrites ci-dessus, ou fabriquée par un procédé selon l'un des modes ci-dessus, pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort, dans le domaine automobile.

**[0032]** L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier laminée à chaud selon les caractéristiques décrites ci-dessus, ou fabriquée par un procédé selon l'un des modes ci-dessus, pour la fabrication de renforts et pièces de structure pour l'industrie générale, et de pièces de résistance à l'abrasion.

**[0033]** D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous, donnée à titre d'exemple et faite en référence aux figures annexée ci-jointe selon lesquelles :

- La figure 1 présente une description schématique d'un mode de réalisation du procédé de fabrication selon l'invention, en relation avec un diagramme de transformation à partir de l'austénite.
- La figure 2 présente un exemple de microstructure d'une tôle d'acier selon l'invention.

**[0034]** Dans des conditions de refroidissement usuelles après laminage à chaud, un acier contenant environ 0,2%C et 1,5%Mn se transforme, lors d'un refroidissement effectué à partir de l'austénite, en bainite composée de lattes de ferrite et de carbures. De plus, la microstructure peut contenir une quantité plus ou moins importante de ferrite pro-eutectoïde formée à température relativement élevée. Cependant, la limite d'écoulement de ce constituant est faible, si bien qu'il n'est pas possible d'obtenir un niveau de résistance très élevé lorsque ce constituant est présent. Les aciers selon l'invention ne comportent pas de ferrite pro-eutectoïde. De la sorte, la résistance mécanique est accrue de façon importante, au delà de 1200MPa. Grâce aux compositions selon l'invention, la précipitation de carbures interlattes est également retardée, la microstructure est alors constituée de bainite, d'austénite résiduelle, et de martensite résultant de la transformation de l'austénite. La structure présente de plus un aspect de fins paquets bainitiques (un paquet désignant un ensemble de lattes parallèles au sein d'un même ancien grain austénitique) dont la résistance et la ductilité sont supérieures à celles de la ferrite polygonale. La taille des lattes de bainite est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres, la taille des paquets de lattes, de l'ordre de quelques micromètres.

**[0035]** En ce qui concerne la composition chimique de l'acier, le carbone joue un rôle très important sur la formation de la microstructure et sur les propriétés mécaniques: A partir d'une structure austénitique formée à haute température après laminage d'une tôle à chaud, une transformation bainitique intervient, et des lattes de ferrite bainitique sont formées initialement au sein d'une matrice encore majoritairement austénitique. En raison de la solubilité très inférieure du carbone dans la ferrite par rapport à celle dans l'austénite, le carbone est rejeté entre les lattes. Grâce à certains éléments d'alliage présents dans les compositions selon l'invention, en particulier grâce aux additions combinées de silicium et d'aluminium, la précipitation de carbures, notamment de cémentite, intervient de façon très limitée. Ainsi, l'austénite interlattes, non encore transformée, s'enrichit progressivement en carbone pratiquement sans qu'une précipitation significative de carbures n'intervienne à l'interface austénite-bainite. Cet enrichissement est tel que l'austénite est stabilisée, c'est à dire que la transformation martensitique de la plus grande partie de cette austénite n'intervient pratiquement pas lors du refroidissement jusqu'à la température ambiante. Une quantité limitée de martensite apparaît sous forme d'îlots, contribuant à l'augmentation de la résistance.

**[0036]** Le carbone retarde également la formation de la ferrite pro-eutectoïde dont la présence doit être évitée pour obtenir des niveaux élevés de résistance mécanique.

**[0037]** Selon l'invention, la teneur en carbone est comprise entre 0,10 et 0,25% en poids : Au dessous de 0,10%, une résistance suffisante ne peut pas être obtenue et la stabilité de l'austénite résiduelle n'est pas satisfaisante. Au delà de 0,25%, la soudabilité est réduite par en raison de la formation de microstructures de faible ténacité dans la Zone Affectée par la Chaleur ou dans la zone fondue en conditions de soudage autogène.

**[0038]** Selon un premier mode préféré, la teneur en carbone est comprise entre 0,10 et 0,15% : au sein de cette plage, la soudabilité est très satisfaisante et la ténacité obtenue est particulièrement élevée. La fabrication par coulée continue est particulièrement aisée en raison d'un mode de solidification favorable.

**[0039]** Selon un second mode préféré, la teneur en carbone est supérieure à 0,15% et inférieure ou égale à 0,17% : au sein de cette plage, la soudabilité est satisfaisante et la ténacité obtenue est élevée.

**[0040]** Selon un troisième mode préféré, la teneur en carbone est supérieure à 0,17% et inférieure ou égale à 0,22% : cette gamme de compositions combine de façon optimale des propriétés de résistance d'une part, de ductilité, de ténacité et de soudabilité d'autre part.

**[0041]** Selon un quatrième mode préféré, la teneur en carbone est supérieure à 0,22% et inférieure ou égale à 0,25% : on obtient de la sorte les niveaux de résistance mécanique les plus élevées au prix d'une légère diminution de la ténacité.

**[0042]** En quantité comprise entre 1 et 3% en poids, une addition de manganèse, élément à caractère gammagène, stabilise l'austénite en abaissant la température de transformation Ar3. Le manganèse contribue également à désoxyder l'acier lors de l'élaboration en phase liquide. L'addition de manganèse participe également à un durcissement efficace en solution solide et à l'obtention d'une résistance accrue. Préférentiellement, le manganèse est compris entre 1 et 1,5% : on combine de la sorte un durcissement satisfaisant sans risque de formation de structure en bandes néfaste. Préférentiellement encore, la teneur en manganèse est supérieure à 1,5% et inférieure ou égale à 2,3%. De la sorte, les effets recherchés ci-dessus sont obtenus sans pour autant augmenter de façon excessive la trempabilité dans les assemblages soudés. A titre également préférentiel, le manganèse est supérieur à 2,3% et inférieur ou égal à 3%. Au delà de 3%, le risque de précipitation de carbures ou de formation de structures en bandes néfaste, devient trop important. Dans les conditions définies selon l'invention, en combinaison avec les additions de molybdène et/ou de chrome, une résistance supérieure à 1300MPa peut être obtenue.

**[0043]** Le silicium et l'aluminium, de façon conjointe, jouent un rôle important selon l'invention.

**[0044]** Le silicium inhibe la précipitation de la cémentite lors du refroidissement à partir de l'austénite en retardant considérablement la croissance des carbures : ceci provient du fait que la solubilité du silicium dans la cémentite est très faible et que cet élément augmente l'activité du carbone dans l'austénite : de la sorte, si un germe éventuel de cémentite se forme à l'interface ferrite-austénite, le silicium est rejeté à l'interface. L'activité du carbone est alors augmentée dans cette zone austénitique enrichie en silicium. La croissance de la cémentite est alors ralentie puisque le gradient de carbone entre la cémentite et la zone austénitique avoisinante est réduit. Une addition de silicium contribue donc à stabiliser une quantité suffisante d'austénite résiduelle sous forme de films fins qui augmentent localement la résistance à l'endommagement et qui évitent la formation de carbures fragilisants.

**[0045]** L'aluminium est un élément très efficace pour la désoxydation de l'acier. A ce titre, sa teneur est supérieure ou égale à 0,015%. Comme le silicium, il est très peu soluble dans la cémentite et stabilise l'austénite résiduelle.

**[0046]** On a mis en évidence que les effets de l'aluminium et du silicium sur la stabilisation de l'austénite sont très semblables : Lorsque les teneurs en silicium et en aluminium sont telles que :  $1\% \leq \text{Si} + \text{Al} \leq 2\%$ , une stabilisation satisfaisante de l'austénite est obtenue, qui permet de former les microstructures recherchées tout en conservant des propriétés d'usage satisfaisantes. Compte tenu du fait que la teneur minimale en aluminium est de 0,015%, la teneur en silicium est inférieure ou égale à 1,985%.

**[0047]** Préférentiellement, la teneur en silicium est comprise entre 1,2 et 1,8% : de la sorte, on évite la précipitation de carbures et l'on obtient une excellente soudabilité ; on ne constate pas de fissuration en soudage MAG, avec une latitude suffisante en termes de paramètres de soudage. Les soudures par résistance par points sont également exemptes de défauts. Par ailleurs, comme le silicium stabilise la phase ferritique, une quantité inférieure ou égale à 1,8% permet d'éviter la formation de ferrite pro-eutectoïde indésirable. Une addition excessive de silicium provoque également la formation d'oxydes fortement adhérents et l'apparition éventuelle de défauts de surface, conduisant notamment à un manque de mouillabilité dans les opérations de galvanisation au trempé.

**[0048]** Préférentiellement encore, ces effets sont obtenus lorsque la teneur en aluminium est comprise entre 1,2 et 1,8%. A teneur équivalente, les effets de l'aluminium sont en effet très semblables à ceux constatés ci-dessus pour le silicium. Le risque d'apparition de défauts superficiels est cependant réduit.

**[0049]** Le molybdène retarde la transformation bainitique, contribue au durcissement par solution solide et affine également la taille des lattes bainitiques formées. Selon l'invention, la teneur en molybdène est inférieure ou égale à 0,3% pour éviter la formation excessive de structures de trempé.

**[0050]** En quantité inférieure à 1,5%, le chrome a un effet sensiblement analogue au molybdène puisqu'il contribue également à éviter la formation de ferrite proeutectoïde ainsi qu'au durcissement et à l'affinement de la microstructure bainitique.

**[0051]** Selon l'invention, les teneurs en chrome et le molybdène sont telles que :  $\text{Cr} + (3 \times \text{Mo}) \geq 0,3\%$ .

**[0052]** Les coefficients du chrome et du molybdène dans cette relation traduisent l'aptitude respective plus ou moins grande de ces deux éléments à retarder la transformation ferritique: lorsque l'inégalité ci-dessus est satisfaite, la formation de ferrite pro-eutectoïde est évitée dans les conditions de refroidissement spécifiques selon l'invention.

**[0053]** Cependant, le molybdène est un élément coûteux : les inventeurs ont mis en évidence que l'on pouvait fabriquer un acier de façon particulièrement économique en limitant la teneur en molybdène à 0,010% et en compensant cette réduction par une addition de chrome pour respecter la relation :  $Cr + (3 \times Mo) \geq 0,3\%$ .

**[0054]** En quantité supérieure à 0,015%, le soufre tend à précipiter en quantité excessive sous forme de sulfures de manganèse qui réduisent fortement l'aptitude à la mise en forme.

**[0055]** Le phosphore est un élément connu pour ségréger aux joints de grains. Sa teneur doit être limitée à 0,1% de façon à maintenir une ductilité à chaud suffisante. Les limitations en soufre et en phosphore permettent également d'obtenir une bonne soudabilité en soudage par points.

**[0056]** L'acier peut également comprendre du cobalt: en quantité inférieure ou égale à 1,5%, cet élément durcissant permet d'augmenter la teneur en carbone dans l'austénite résiduelle. La quantité doit être également limitée pour des raisons de coûts.

**[0057]** L'acier peut également comprendre du bore en quantité inférieure ou égale à 0,005%. Une telle addition augmente la trempabilité et contribue à la suppression de la ferrite pro-eutectoïde. Il permet d'augmenter les niveaux de résistance.

**[0058]** Le reste de la composition est constitué d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, telles que par exemple l'azote.

**[0059]** Selon l'invention, la microstructure de l'acier est constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%, ces teneurs se référant à des pourcentages surfaciques. Cette structure bainitique majoritaire, sans ferrite proeutectoïde, confère une très bonne résistance à un endommagement mécanique ultérieur.

**[0060]** La microstructure de la tôle laminée à chaud selon l'invention contient une quantité supérieure ou égale à 5% d'austénite résiduelle, que l'on préfère riche en carbone, stabilisée à température ambiante notamment par les additions de silicium et d'aluminium. L'austénite résiduelle se présente sous forme d'îlots et de films interlattes dans la bainite, allant de quelques centièmes de micromètres à quelques micromètres. Sous l'effet d'une déformation ultérieure, l'austénite résiduelle d'une pièce fabriquée à partir de la tôle laminée à chaud se transforme progressivement en martensite. Cette dernière possède une dureté très élevée en raison de sa teneur élevée en carbone. Cette transformation se traduit par une consolidation importante et repousse l'apparition de la striction.

**[0061]** Une quantité d'austénite résiduelle inférieure à 5% ne permet pas que les films interlattes augmentent de façon significative la résistance à l'endommagement.

**[0062]** Préférentiellement, la teneur en carbone de l'austénite résiduelle est supérieure à 1 % afin de réduire la formation des carbures et d'obtenir une austénite résiduelle suffisamment stable à température ambiante.

**[0063]** La figure 2 présente un exemple de microstructure d'une tôle d'acier selon l'invention : L'austénite résiduelle A en teneur surfacique ici égale à 7%, apparaît en blanc, sous forme d'îlots ou de films. La martensite M, en teneur surfacique ici égale à 15%, se présente ici sous la forme de constituant très sombre sur une matrice bainitique B apparaissant en gris.

**[0064]** Au sein de certains îlots, la teneur locale en carbone et donc la trempabilité locale peuvent varier. L'austénite résiduelle est alors associée localement à de la martensite au sein de ces îlots, que l'on désigne sous le terme d'îlots « M-A », associant Martensite et Austénite résiduelle. Dans le cadre de l'invention, on a mis en évidence qu'une morphologie spécifique des îlots M-A était à rechercher particulièrement. La morphologie des îlots M-A peut être révélée au moyen de réactifs chimiques appropriés et connus en eux-mêmes : après attaque chimique, les îlots M-A apparaissent par exemple en blanc sur une matrice bainitique plus ou moins sombre. On observe ces îlots par microscopie optique à des grossissements allant de 500 à 1500x environ sur une surface qui présente une population statistiquement représentative. On détermine, par exemple au moyen d'un logiciel d'analyse d'images connu en lui-même, tel que par exemple le logiciel Visilog® de la société Noesis, la taille maximale  $L_{\max}$  et minimale  $L_{\min}$  de chacun des îlots. Le rapport

entre la taille maximale et minimale  $\frac{L_{\max}}{L_{\min}}$  caractérise le facteur d'élongation d'un îlot donné. Selon l'invention, une

ductilité particulièrement élevée est obtenue en réduisant le nombre  $N_{MA}$  d'îlots M-A dont la longueur maximale  $L_{\max}$  est supérieure à 2 micromètres et dont le facteur d'élongation est inférieur à 4. Ces îlots massifs et de grande taille se révèlent des zones d'amorçage privilégiées lors d'une sollicitation mécanique ultérieure. Selon l'invention, le nombre d'îlots  $N_{MA}$  par unité de surface doit être inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>.

**[0065]** La structure des aciers selon l'invention contient également, en complément de la bainite et de l'austénite résiduelle, de la martensite en quantité supérieure ou égale à 2% : cette caractéristique permet un durcissement supplémentaire qui permet d'obtenir une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa.

**[0066]** Préférentiellement, le nombre de carbures situés en position interlattes, généralement plus grossiers, de taille supérieure à 0,1 micromètre, est limité. Ces carbures peuvent être observés par exemple en microscopie optique à un grandissement supérieur ou égal à 1000x. On a mis en évidence que N, nombre de carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface, devait être inférieur à 50000/mm<sup>2</sup>, faute de quoi l'endommagement devient excessif en cas de sollicitation ultérieure, par exemple lors d'essais d'expansion de trous. De plus, la présence excessive des carbures peut être à l'origine d'un amorçage précoce de la rupture et d'une réduction de la ténacité.

**[0067]** La mise en oeuvre du procédé de fabrication d'une tôle laminée à chaud selon l'invention est la suivante :

- On approvisionne un acier de composition selon l'invention
- On procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier. Cette coulée peut être réalisée en lingots, ou en continu sous forme de brames d'épaisseur de l'ordre de 200mm. On peut également effectuer la coulée sous forme de brames minces de quelques dizaines de millimètres d'épaisseur, ou de bandes minces, entre cylindres d'acier contra-rotatifs.

**[0068]** Les demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température supérieure à 1150°C pour atteindre en tout point une température favorable aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage.

**[0069]** Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces ou de bandes minces entre cylindres contra-rotatifs, l'étape de laminage à chaud de ces demi-produits débutant à plus de 1150°C peut se faire directement après coulée si bien qu'une étape de réchauffage intermédiaire n'est pas nécessaire dans ce cas.

**[0070]** On lamine à chaud le demi-produit dans un domaine de température où la structure de l'acier est totalement austénitique jusqu'à une température de fin de laminage  $T_{FL}$ , en référence à la figure 1 annexée. Cette figure présente un schéma de fabrication thermomécanique 1 selon l'invention, ainsi qu'un diagramme de transformation indiquant les domaines de transformation ferritique 2 bainitique 3 et martensitique 4.

**[0071]** On effectue ensuite un refroidissement contrôlé, débutant à une température  $T_{DR}$ , située au dessus de  $A_{r3}$  (température de début de transformation ferritique à partir de l'austénite) et finissant à une température  $T_{FR}$  (température de fin de refroidissement) La vitesse moyenne de refroidissement entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$  est égale à  $V_R$ . Ce refroidissement et la vitesse  $V_R$  associée sont qualifiés de primaire. Selon l'invention, la vitesse  $V_R$  est comprise entre 50 et 90°C/s : Lorsque la vitesse de refroidissement est inférieure à 50°C/s, il se forme de la ferrite pro-eutectoïde, néfaste pour obtenir des caractéristiques élevées de résistance. Selon l'invention, on évite ainsi la transformation ferritique à partir de l'austénite. Lorsque la vitesse  $V_R$  est supérieure à 90°C/s, il existe un risque de former de la martensite et de faire apparaître une structure hétérogène. La gamme de refroidissement selon l'invention est avantageuse d'un point de vue industriel, car il n'est pas nécessaire de refroidir très rapidement la tôle après le laminage à chaud, par exemple à une vitesse de l'ordre de 200°C/s, ce qui évite la nécessité d'installations spécifiques coûteuses. La gamme de vitesse de refroidissement selon l'invention peut être obtenue par pulvérisation d'eau ou de mélange air-eau, en fonction de l'épaisseur de la tôle.

**[0072]** Après cette première phase de refroidissement rapide, on procède à une phase de refroidissement plus lent, dit secondaire, qui débute à une température  $T_{FR}$  comprise entre  $B'_S$  et  $M_S+50^\circ C$  et qui s'achève à la température ambiante. La vitesse de refroidissement secondaire est désignée par  $V'_R$ .  $M_S$  désigne la température de début de transformation martensitique. La température  $B'_S$  est définie par rapport à la température  $B_S$ , température de début de transformation bainitique de la façon suivante :

- Lorsqu'on effectue un refroidissement secondaire très lent à une vitesse  $V'_R$  comprise entre 0,08°C/min et 2°C/min,  $B'_S = B_S$ , température de début de transformation bainitique. Cette température  $B_S$  peut être déterminée expérimentalement ou évaluée à partir de la composition au moyen de formules connues en elles-mêmes. La figure 1 illustre ce premier mode de fabrication.
- Lorsque, à partir de  $T_{FR}$ , on refroidit la tôle laminée à chaud à une vitesse comprise  $V'_R$  supérieure à 2°C/min et inférieure ou égale à 600°C/min,  $B'_S = B_S + 60^\circ C$ .

**[0073]** Le premier cas correspond à la fabrication de tôles d'épaisseur les plus fines, jusqu'à environ 15mm, bobinées à chaud, et donc refroidies lentement après l'opération de bobinage. Le second cas correspond à la fabrication de tôles d'épaisseur plus importante non bobinées à chaud : selon l'épaisseur des tôles, les vitesses de refroidissement supérieures à 2°C/min et inférieures ou égales à 600°C/min correspondent à un refroidissement légèrement accéléré ou à un refroidissement à l'air.

**[0074]** Lorsque la température de fin de refroidissement est supérieure à  $B'_S$ , l'enrichissement en carbone de l'austénite n'est pas suffisant: après refroidissement complet, on forme des carbures ou des îlots de martensite.

**[0075]** On peut obtenir de la sorte un acier ayant une structure « Dual-Phase » mais dont la combinaison de propriétés (résistance-ductilité) est inférieure à celle de l'invention. Ces structures présentent également une plus grande sensibilité à l'endommagement que celles de l'invention.

**[0076]** Lorsque la température de fin de refroidissement est inférieure à  $M_S+50^\circ C$ , l'enrichissement en carbone de

l'austénite est excessif. Dans certaines conditions industrielles, il existe un risque de formation d'une structure en bandes marquée et de transformation martensitique trop importante.

**[0077]** Ainsi, dans les conditions selon l'invention, le procédé présente une faible sensibilité à une variation des paramètres de fabrication.

**[0078]** Le refroidissement secondaire associé à une température  $T_{FR}$  comprise entre  $B'_S$  et  $M_S+50^\circ C$  permet de contrôler la transformation bainitique à partir de l'austénite, d'enrichir localement cette austénite de façon à la stabiliser, et d'obtenir un rapport (bainite/austénite résiduelle/martensite) approprié.

**[0079]** Dans le cadre de l'invention, on peut également ajuster la vitesse primaire  $V_R$  entre  $Ar_3$  et  $Ar_1$ , la température de fin de refroidissement  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que la microstructure de l'acier soit constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%. Ces paramètres peuvent être également ajustés pour obtenir une morphologie et une nature particulière des îlots M-A, en particulier choisis pour que le nombre  $N_{MA}$  d'îlots de martensite-austénite résiduelle dont la taille est supérieure à 2 micromètres et dont le facteur d'élongation est inférieur à 4, soit inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>. Ces paramètres peuvent être également ajustés pour que la teneur en carbone de l'austénite résiduelle soit supérieure à 1% en poids. Les paramètres  $V_R$ ,  $T_{FR}$ ,  $V'_R$  peuvent être également ajustés pour que le nombre  $N$  de carbures bainitiques de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface soit inférieur ou égal à 50000/mm<sup>2</sup>.

Exemple :

**[0080]** On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous, exprimée en pourcentage pondéral. Outre les aciers I-1 à I-7 ayant servi à la fabrication de tôles selon l'invention, on a indiqué à titre de comparaison la composition d'aciers R-1 à R-9 ayant servi à la fabrication de tôles de référence.

| Acier | C (%)    | Mn (%) | Si (%) | Al (%) | Si+Al (%) | Mo (%) | Cr (%) | Cr+(3xMo) (%) | S (%)  | P (%)  |
|-------|----------|--------|--------|--------|-----------|--------|--------|---------------|--------|--------|
| I-1   | 0,21     | 1,56   | 1,46   | 0,025  | 1,485     | 0,245  | 1,49   | 2,21          | <0,003 | <0,015 |
| I-2   | 0,185    | 2,29   | 1,49   | 0,025  | 1,515     | 0,26   | -      | 0,78          | <0,003 | <0,015 |
| I-3   | 0,185    | 2      | 1,5    | 0,025  | 1,525     | 0,25   | 1,49   | 2,24          | <0,003 | <0,015 |
| I-4   | 0,215    | 2,05   | 1,5    | 0,025  | 1,525     | 0,245  | 1,49   | 2,25          | <0,003 | <0,015 |
| I-5   | 0,22     | 2,28   | 1,5    | 0,025  | 1,5       | 0,255  | -      | 0,765         | <0,003 | <0,015 |
| I-6   | 0,18     | 1,59   | 1,43   | 0,025  | 1,455     | 0,24   | 0,76   | 1,56          | <0,003 | <0,015 |
| I-7   | 0,19     | 2,29   | 1,49   | 0,025  | 1,515     | 0,26   | -      | 0,78          | <0,003 | <0,015 |
| R-1   | 0,197    | 1,48   | 1,5    | 0,025  | 1,525     | -      | -      | -(*)          | <0,003 | <0,015 |
| R-2   | 0,196    | 1,87   | 1,5    | 0,025  | 1,525     | 0,19   | -      | 0,57          | <0,003 | <0,015 |
| R-3   | 0,2      | 1,5    | 1,5    | 0,025  | 1,525     | -      | 0,4    | 0,4           | <0,003 | <0,015 |
| R-4   | 0,195    | 1,53   | 1,42   | 0,048  | 1,468     | 0,295  | -      | 0,885         | <0,003 | <0,015 |
| R-5   | 0,18     | 1,48   | 1,39   | 0,04   | 1,43      | 0,29   | -      | 0,87          | 0,003  | 0,002  |
| R-6   | 0,285(*) | 2,25   | 1,5    | 0,025  | 1,525     | 0,255  | -      | 0,765         | <0,003 | <0,015 |
| R-7   | 0,29(*)  | 1,59   | 1,55   | 0,025  | 1,575     | 0,25   | 0,75   | 1,5           | <0,003 | <0,015 |
| R-8   | 0,547(*) | 1,49   | 1,52   | 0,04   | 1,56      | -      | -      | -(*)          | <0,003 | <0,015 |
| R-9   | 0,195    | 1,53   | 1,42   | 0,05   | 1,47      | 0,3    | -      | 0,9           | <0,003 | <0,015 |

Tableau 1 Compositions d'aciers (% poids). I= Selon l'invention. R= référence

(\*) : Non conforme à l'invention.

**[0081]** Des demi-produits correspondant aux compositions ci-dessus ont été réchauffés à 1200°C et laminés à chaud jusqu'à une épaisseur de 3 mm ou 12mm dans un domaine de température où la structure est entièrement austénitique. Les températures de début de refroidissement  $T_{DR}$ , comprises entre 820 et 945°C, se situent également dans le domaine austénitique. Les vitesses de refroidissement  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , les températures de fin de refroidissement  $T_{FR}$ , les

vitesses de refroidissement secondaires  $V'_R$  ont été portées au tableau 2. A partir d'une même composition, certains aciers (I-1, I-2, I-3, I-5, R-7) ont fait l'objet de différentes conditions de fabrication. Les références I-1a, I-1b et I-1c désignent par exemple trois tôles d'aciers fabriquées selon des conditions différentes à partir de la composition d'acier I-1. Les tôles d'acier I-1a à c, I-4, I-5a et b, R-6, ont une épaisseur de 12mm, les autres tôles de 3mm. Le tableau 2 indique également les températures de transformation  $B'_s$  et  $M_s+50^\circ\text{C}$  calculées à partir des compositions chimiques au moyen des expressions suivantes, les compositions étant exprimées en pourcentage pondéral :

$$B_s (^\circ\text{C}) = 830 - 270 (C) - 90(\text{Mn}) - 37(\text{Ni}) - 70(\text{Cr}) - 83(\text{Mo})$$

$$M_s (^\circ\text{C}) = 561 - 474(C) - 33(\text{Mn}) - 17(\text{Ni}) - 17(\text{Cr}) - 21(\text{Mo})$$

**[0082]** On a également indiqué les différents constituants microstructuraux mesurés par microscopie quantitative : fraction surfacique de bainite, d'austénite résiduelle par diffraction de rayons X ou par sigmamétrie, et de martensite.

**[0083]** Les Îlots M-A ont été mis en évidence par le réactif de Klemm. Leur morphologie a été examinée au moyen d'un logiciel d'analyse d'images de façon à déterminer le paramètre  $N_{MA}$ . Dans certains cas, on a examiné la présence éventuelle de carbures de taille supérieure à 0,1 micromètre au sein de la phase bainitique, au moyen d'une attaque Nital et d'une observation en microscopie optique à fort grossissement. Le nombre N (/mm<sup>2</sup>) de carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre a été déterminé.

|    | Tôle d'acier-<br>Epaisseur | $V_R$<br>(°C/s) | $T_{PR}$<br>(°C) | $V_R$      | $B_s$ (°C) | $M_s + 50^\circ$<br>(°C) | Bainite<br>(%) | Austénite<br>résiduelle<br>(%) | Martens<br>Ité (%) | N<br>carbures<br>(/mm <sup>2</sup> ) |
|----|----------------------------|-----------------|------------------|------------|------------|--------------------------|----------------|--------------------------------|--------------------|--------------------------------------|
| 5  | I-1a (12mm)                | 56              | 509              | 50°C/min   | 508+60     | 430                      | n.d.           | 11                             | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-1b (12mm)                | 50              | 563              | 50°C/min   | 508+60     | 430                      | n.d.           | 12                             | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-1c (12mm)                | 57              | 450              | 50°C/min   | 508+60     | 430                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-2a (3mm)                 | 50              | 450              | 0,33°C/min | 553        | 442                      | 78             | 7                              | 15                 | 20000                                |
| 10 | I-2b (3mm)                 | 50              | 500              | 0,33°C/min | 553        | 442                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-3a (3mm)                 | 50              | 450              | 0,33°C/min | 475        | 429                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-3b (3mm)                 | 50              | 450              | 0,33°C/min | 475        | 429                      | n.d.           | 7                              | n.d.               | 42000                                |
|    | I-4 (12mm)                 | 74              | 471              | 50°C/min   | 462+60     | 411                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
| 15 | I-5a (12mm)                | 52              | 495              | 50°C/min   | 546+60     | 428                      | n.d.           | 9                              | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-5b (12mm)                | 59              | 554              | 50°C/min   | 546+60     | 428                      | n.d.           | 9                              | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-6 (3mm)                  | 50              | 455              | 0,33°C/min | 565        | 455                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | I-7 (3mm)                  | 50              | 450              | 0,33°C/min | 551        | 440                      | n.d.           | 5                              | n.d.               | 26000                                |
| 20 | R-1 (3mm)                  | 200(*)          | 400(*)           | 0,33°C/min | 644        | 469                      | 89             | 11                             | - (*)              | 0                                    |
|    | R-2 (3mm)                  | 200(*)          | 400(*)           | 0,33°C/min | 593        | 452                      | 88             | 12                             | - (*)              | 0                                    |
|    | R-3 (3mm)                  | 200(*)          | 400(*)           | 0,33°C/min | 613        | 460                      | 86             | 14                             | - (*)              | 0                                    |
|    | R-4 (3mm)                  | 100(*)          | 500              | 0,33°C/min | 615        | 462                      | 70(*)          | 7                              | 23                 | >50000(*)                            |
| 25 | R-5 (3mm)                  | 100(*)          | 400(*)           | 0,33°C/min | 605        | 462                      | 74(*)          | 12                             | 14                 | 0                                    |
|    | R-6 (12mm)                 | 48              | 450              | 50°C/min   | 529+60     | 396                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | R-7a (3mm)                 | 50              | 450              | 0,33°C/min | 535        | 403                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
|    | R-7b (3mm)                 | 50              | 350(*)           | 0,33°C/min | 535        | 403                      | n.d.           | n.d.                           | n.d.               | n.d.                                 |
| 30 | R-8 (3mm)                  | 30(*)           | 450              | 0,33°C/min | 548        | 303                      | 96             | 4(*)                           | - (*)              | n.d.                                 |
|    | R-9 (3mm)                  | 300(*)          | 20(*)            | 0,33°C/min | 615        | 462                      | - (*)          | - (*)                          | 100                | n.d.                                 |

Tableau 2 : Conditions de fabrication et microstructure des tôles laminées à  
chaud obtenues. I= Selon l'invention. R= référence  
(\*) : Non conforme à l'invention. n.d : Non déterminé

**[0084]** Les propriétés mécaniques de traction obtenues (limite d'élasticité  $R_e$ , résistance  $R_m$ , allongement uniforme  $A_u$ , allongement à rupture  $A_t$ ) ont été portées au tableau 3 ci-dessous. Le rapport  $R_e/R_m$  a été également indiqué.

**[0085]** Dans certains cas on a déterminé l'énergie de rupture KCV à 20°C à partir d'éprouvettes de résilience V.

**[0086]** Par ailleurs, on a évalué l'endommagement lié à une découpe (cisailage ou poinçonnage par exemple) qui pourrait éventuellement diminuer les capacités de déformation ultérieure d'une pièce découpée. Dans ce but, on a découpé par cisailage des éprouvettes de dimension 20 x 80 mm<sup>2</sup>. Une partie de ces éprouvettes a été ensuite soumise à un polissage des bords. Les éprouvettes ont été revêtues de grilles photodéposées puis soumises à une traction uniaxiale jusqu'à rupture. Les valeurs des déformations principales  $\varepsilon_1$  parallèles au sens de la sollicitation ont été mesurées au plus près de l'amorçage de la rupture à partir des grilles déformées. Cette mesure a été effectuée sur les éprouvettes à bords découpés mécaniquement et sur les éprouvettes à bords polis. La sensibilité à la découpe est évaluée par le facteur d'endommagement :  $\Delta = \varepsilon_1(\text{bords découpés}) - \varepsilon_1(\text{bords polis}) / \varepsilon_1(\text{bords polis})$ .

**[0087]** On a également évalué l'aptitude au soudage à l'arc (procédé MAG) et par résistance par points, de ces tôles d'aciers.

| Tôle d'acier | Re<br>(MPa) | Rm(MPa) | Re/Rm    | Au<br>(%) | At (%) | KCV(20°C)<br>Joules | $\Delta$ (%) |
|--------------|-------------|---------|----------|-----------|--------|---------------------|--------------|
| I-1a         | 850         | 1322    | 0,643    | 6,5       | 13,3   | 48                  | n.d.         |
| I-1b         | 864         | 1307    | 0,661    | 6,2       | 14,5   | 44                  | n.d.         |
| I-1c         | 789         | 1343    | 0,587    | 6,1       | 12,6   | 28                  | n.d.         |
| I-2a         | 747         | 1262    | 0,592    | 6,9       | 12,5   | n.d.                | n.d.         |
| I-2b         | 718         | 1209    | 0,594    | 7,8       | 10,8   | n.d.                | n.d.         |
| I-3a         | 903         | 1433    | 0,630    | 6,0       | 12,3   | n.d.                | n.d.         |
| I-3b         | 863         | 1384    | 0,624    | 7,5       | 12,4   | n.d.                | -13%         |
| I-4          | 977         | 1469    | 0,665    | 5,2       | 15,9   | 49                  | n.d.         |
| I-5a         | 994         | 1382    | 0,719    | 4,4       | 13,2   | 86                  | n.d.         |
| I-5b         | 914         | 1299    | 0,704    | 4,8       | 13,9   | 52                  | n.d.         |
| I-6          | 832         | 1281    | 0,649    | 8,7       | 13,0   | n.d.                | n.d.         |
| I-7          | 734         | 1306    | 0,562    | 6,1       | 10,0   | n.d.                | -12%         |
| R-1          | 709         | 801(*)  | 0,885(*) | 12,9      | 19,0   | n.d.                | n.d.         |
| R-2          | 728         | 864(*)  | 0,843(*) | 15,7      | 23,8   | n.d.                | n.d.         |
| R-3          | 773         | 912(*)  | 0,847(*) | 13,8      | 22,5   | n.d.                | n.d.         |
| R-4          | 629         | 890(*)  | 0,707    | 17,3      | 17,7   | n.d.                | -48%         |
| R-5          | 585         | 857(*)  | 0,682    | 16,6      | 20,2   | n.d.                | n.d.         |
| R-6          | 725         | 1290    | 0,562    | 6,7       | 11,5   | 14(*)               | n.d.         |
| R-7a         | 782         | 1231    | 0,635    | 11,7      | 16,6   | <28(*)              | n.d.         |
| R-7b         | 961         | 1297    | 0,741    | 6,9       | 12,2   | <28(*)              | n.d.         |
| R-8          | 779         | 1048(*) | 0,743    | 8,8       | 13,9   | n.d.                | n.d.         |
| R-9          | 790         | 1422    | 0,556    | 5,4       | 9,1(*) | n.d.                | n.d.         |

Tableau 3 : Propriétés mécaniques des tôles laminées à chaud obtenues.

I= Selon l'invention. R= référence

(\*) : Non conforme à l'invention. n.d. : Non déterminé

**[0088]** Les tôles d'aciers I-1 à I-7 conformes à l'invention présentent une combinaison de propriétés mécaniques particulièrement avantageuse : d'une part une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa, d'autre part un allongement à rupture supérieur à 10% et un rapport Re/Rm inférieur à 0,75 assurant une bonne formabilité. Les aciers selon l'invention présentent également une énergie de rupture Charpy V à température ambiante supérieure à 28 Joules. Cette haute ténacité permet la fabrication de pièces

| Tôle d'acier | Re<br>(MPa) | Rm(MPa) | Re/Rm    | Au<br>(%) | At (%) | KCV(20°C)<br>Joules | $\Delta$ (%) |
|--------------|-------------|---------|----------|-----------|--------|---------------------|--------------|
| I-1a         | 850         | 1322    | 0,643    | 6,5       | 13,3   | 48                  | n.d.         |
| I-1b         | 864         | 1307    | 0,661    | 6,2       | 14,5   | 44                  | n.d.         |
| I-1c         | 789         | 1343    | 0,587    | 6,1       | 12,6   | 28                  | n.d.         |
| I-2a         | 747         | 1262    | 0,592    | 6,9       | 12,5   | n.d.                | n.d.         |
| I-2b         | 718         | 1209    | 0,594    | 7,8       | 10,8   | n.d.                | n.d.         |
| I-3a         | 903         | 1433    | 0,630    | 6,0       | 12,3   | n.d.                | n.d.         |
| I-3b         | 863         | 1384    | 0,624    | 7,5       | 12,4   | n.d.                | -13%         |
| I-4          | 977         | 1469    | 0,665    | 5,2       | 15,9   | 49                  | n.d.         |
| I-5a         | 994         | 1382    | 0,719    | 4,4       | 13,2   | 86                  | n.d.         |
| I-5b         | 914         | 1299    | 0,704    | 4,8       | 13,9   | 52                  | n.d.         |
| I-6          | 832         | 1281    | 0,649    | 8,7       | 13,0   | n.d.                | n.d.         |
| I-7          | 734         | 1306    | 0,562    | 6,1       | 10,0   | n.d.                | -12%         |
| R-1          | 709         | 801(*)  | 0,885(*) | 12,9      | 19,0   | n.d.                | n.d.         |
| R-2          | 728         | 864(*)  | 0,843(*) | 15,7      | 23,8   | n.d.                | n.d.         |
| R-3          | 773         | 912(*)  | 0,847(*) | 13,8      | 22,5   | n.d.                | n.d.         |
| R-4          | 629         | 890(*)  | 0,707    | 17,3      | 17,7   | n.d.                | -48%         |
| R-5          | 585         | 857(*)  | 0,682    | 16,6      | 20,2   | n.d.                | n.d.         |
| R-6          | 725         | 1290    | 0,562    | 6,7       | 11,5   | 14(*)               | n.d.         |
| R-7a         | 782         | 1231    | 0,635    | 11,7      | 16,6   | <28(*)              | n.d.         |
| R-7b         | 981         | 1297    | 0,741    | 6,9       | 12,2   | <28(*)              | n.d.         |
| R-8          | 779         | 1048(*) | 0,743    | 8,8       | 13,9   | n.d.                | n.d.         |
| R-9          | 790         | 1422    | 0,558    | 5,4       | 9,1(*) | n.d.                | n.d.         |

Tableau 3 : Propriétés mécaniques des tôles laminées à chaud obtenues.

I= Selon l'invention. R= référence

(\*) : Non conforme à l'invention. n.d. : Non déterminé

[0089] Les tôles d'aciers I-1 à I-7 conformes à l'invention présentent une combinaison de propriétés mécaniques particulièrement avantageuse : d'une part une résistance mécanique supérieure à 1200 MPa, d'autre part un allongement à rupture supérieur à 10% et un rapport Re/Rm inférieur à 0,75 assurant une bonne formabilité. Les aciers selon l'invention présentent également une énergie de rupture Charpy V à température ambiante supérieure à 28 Joules. Cette haute ténacité permet la fabrication de pièces résistant à la propagation brutale d'un défaut notamment en cas de sollicitations dynamiques. Les microstructures des aciers selon l'invention présentent un nombre d'îlots  $N_{MA}$  inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>.

[0090] En particulier, les tôles d'acier I-2a et I-5a présentent une faible proportion surfacique d'îlots M-A massifs et de grande taille, respectivement de 10500 et 13600 composés par mm<sup>2</sup>.

[0091] Les aciers selon l'invention présentent également une bonne résistance à l'endommagement en cas de découpe, puisque le facteur d'endommagement  $\Delta$  est limité à -12 ou -13%.

[0092] Ces aciers présentent également une bonne aptitude au soudage homogène MAG : pour des paramètres de soudage adaptés aux épaisseurs rapportés ci-dessus, les joints soudés à clin sont exempts de fissures à froid ou à

chaud. Un constat similaire peut être dressé en soudage homogène par résistance par point.

**[0093]** L'acier R-1 a une teneur insuffisante en chrome et/ou en molybdène. Les conditions de refroidissement relatives aux aciers R-1 à R-3 ( $V_R$  trop élevée,  $T_{FR}$  trop faible) ne sont pas appropriées pour la formation d'une structure bainitique fine et d'une austénite résiduelle instable. L'absence de martensite ne permet pas un durcissement suffisant, la résistance est nettement inférieure à 1200MPa et le rapport  $Re/R_m$  est excessif.

**[0094]** Dans le cas des tôles d'acier R-4 et R-5, la vitesse de refroidissement trop rapide après laminage ne permet pas d'obtenir une quantité de bainite suffisamment importante. Les îlots M-A formés sont relativement grossiers. Dans le cas de la tôle d'acier R-4, le nombre de composés  $N_{MA}$  est de 14700/mm<sup>2</sup>. La fraction bainitique et la résistance de ces aciers sont insuffisantes. La tôle d'acier R-4 comportant un grand nombre de carbures ( $N > 50000/\text{mm}^2$ ) présente une sensibilité excessive à l'endommagement comme en témoigne la valeur du facteur d'endommagement :  $\Delta = -48\%$ .

**[0095]** L'acier R-6 comporte une teneur en carbone excessive. La tôle d'acier R-6 présente en conséquence une résistance insuffisante à la propagation brutale d'un défaut puisque son énergie de rupture Charpy V à 20°C est très inférieure à 28 Joules.

**[0096]** Les tôles d'acier R-7a et R7-b ont également une teneur en carbone excessive. La température de transition au niveau 28 Joules, estimée à partir d'éprouvettes d'épaisseur réduite, est supérieure à la température ambiante, témoignant d'une ténacité médiocre. L'aptitude au soudage est réduite. On notera que, en dépit de leur teneur en carbone plus élevée, ces tôles d'acier ne présentent pas une résistance mécanique supérieure à celle des aciers de l'invention.

**[0097]** La tôle d'acier R-8 comportant une teneur excessive en carbone a été refroidie trop lentement : de ce fait, l'austénite résiduelle est très enrichie en carbone et la formation de martensite n'a pu se produire. La résistance obtenue est donc insuffisante.

**[0098]** La tôle d'acier R-9 a été refroidie à une vitesse excessive jusqu'à une température de fin de refroidissement trop basse. En conséquence, la structure est presque totalement martensitique et l'allongement à rupture est insuffisant.

**[0099]** Ainsi, l'invention permet la fabrication de tôles d'aciers à matrice bainitique sans addition d'éléments coûteux de microalliage. Celles-ci allient une très haute résistance et une ductilité élevée. Grâce à leur résistance élevée, ces tôles d'acier sont adaptées à la fabrication d'éléments subissant des sollicitations mécaniques cycliques. Les tôles d'aciers selon l'invention sont utilisées avec profit pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort dans le domaine automobile et de l'industrie générale.

## Revendications

1. Tôle d'acier laminée à chaud de résistance supérieure à 1200 MPa, de rapport limite d'élasticité/résistance  $Re/R_m$  inférieur à 0,75, d'allongement à rupture supérieur à 10%, dont la composition contient, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,10\% \leq C \leq 0,25\%$$

$$1\% \leq Mn \leq 3\%$$

$$Al \geq 0,015 \%$$

$$Si \leq 1,985\%$$

$$Mo \leq 0,30\%$$

$$Cr \leq 1,5\%$$

$$S \leq 0,015\%$$

5

$$P \leq 0,1\%$$

10

$$Co \leq 1,5\%$$

15

$$B \leq 0,005\%$$

étant entendu que

20

$$1\% \leq Si + Al \leq 2\%,$$

25

$$Cr + (3 \times Mo) \geq 0,3\%,$$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%

30

2. Tôle d'acier selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$0,10\% \leq C \leq 0,15\%$$

35

3. Tôle d'acier selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

40

$$0,15\% < C \leq 0,17\%$$

4. Tôle d'acier selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

45

$$0,17\% < C \leq 0,22\%$$

50

5. Tôle d'acier selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

55

$$0,22\% < C \leq 0,25\%$$

6. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier

## EP 1 832 667 A1

contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1\% \leq \text{Mn} \leq 1,5\%$$

7. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1,5\% < \text{Mn} \leq 2,3\%$$

8. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$2,3\% < \text{Mn} \leq 3\%$$

9. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1,2\% \leq \text{Si} \leq 1,8\%$$

10. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$1,2\% \leq \text{Al} \leq 1,8\%$$

11. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$\text{Mo} \leq 0,010\%$$

12. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, **caractérisée en ce que** la teneur en carbone de l'austénite résiduelle est supérieure à 1% en poids

13. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, comportant des carbures entre les lattes de bainite, **caractérisée en ce que** le nombre N desdits carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface est inférieur ou égal à 50000/mm<sup>2</sup>.

14. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, comportant des îlots martensite-austénite résiduelle **caractérisée en ce que** le nombre  $N_{\text{MA}}$  par unité de surface, desdits îlots martensite-austénite résiduelle dont la taille maximale  $L_{\text{max}}$  est supérieure à 2 micromètres et dont le facteur d'élongation (taille maximale  $L_{\text{max}}$ /taille minimale  $L_{\text{min}}$ ) est inférieur à 4, est inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>

15. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud de résistance supérieure à 1200 MPa, de rapport Re/Rm inférieur à 0,75, d'allongement à rupture supérieur à 10%, selon lequel :

- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 11,
- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier

- on porte ledit demi-produit à une température supérieure à 1150°C
- on lamine à chaud ledit demi-produit dans un domaine de température où la microstructure de l'acier est entièrement austénitique, puis
- on refroidit la tôle ainsi obtenue à partir d'une température  $T_{DR}$  située au dessus de Ar3 jusqu'à une température de transformation  $T_{FR}$  de telle sorte que la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$  soit comprise entre 50 et 90°C/s et que la température  $T_{FR}$  soit comprise entre  $B'_S$  et  $M_S+50^\circ\text{C}$ ,  $B'_S$  désignant une température définie par rapport à la température  $B_S$  de début de transformation bainitique, et  $M_S$  désignant la température de début de transformation martensitique, puis
- on refroidit ladite tôle à partir de la température  $T_{FR}$  avec une vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$  comprise entre 0,08°C/min et 600°C/min jusqu'à la température ambiante,
- ladite température  $B'_S$  étant égale à  $B_S$  lorsque ladite vitesse  $V'_R$  est comprise entre 0,08 et 2°C/min
- ladite température  $B'_S$  étant égale à  $B_S+60^\circ\text{C}$  lorsque ladite vitesse  $V'_R$  est supérieure à 2°C/min et inférieure ou égale à 600°C/min

**16. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud selon lequel:**

- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 ,
- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier
- on porte ledit demi-produit à une température supérieure à 1150°C
- on lamine à chaud ledit demi-produit dans un domaine de température où la structure de l'acier est entièrement austénitique,
- on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de Ar3, la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que la microstructure dudit acier soit constituée d'au moins 75% de bainite, d'austénite résiduelle en quantité supérieure ou égale à 5%, et de martensite en quantité supérieure ou égale à 2%

**17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 ou 16, caractérisé en ce qu'on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de Ar3, la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que la teneur en carbone de l'austénite résiduelle soit supérieure à 1 % en poids**

**18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 17, caractérisé en ce qu'on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de Ar3, la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que le nombre de carbures interlattes de taille supérieure à 0,1 micromètre par unité de surface soit inférieur ou égal à 50000/mm<sup>2</sup>**

**19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 18, caractérisé en ce qu'on ajuste la température de début de refroidissement primaire  $T_{DR}$  située au dessus de Ar3, la température de fin de refroidissement primaire  $T_{FR}$ , la vitesse de refroidissement primaire  $V_R$  entre  $T_{DR}$  et  $T_{FR}$ , et la vitesse de refroidissement secondaire  $V'_R$ , de telle sorte que le nombre  $N_{MA}$  par unité de surface, d'îlots martensite-austénite résiduelle dont la taille maximale**

$L_{\max}$  est supérieure à 2 micromètres et dont le facteur d'élongation  $\frac{L_{\max}}{L_{\min}}$  est inférieur à 4, soit inférieur à 14000/mm<sup>2</sup>

**20. Utilisation d'une tôle d'acier laminée à chaud selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 19, pour la fabrication de pièces de structure ou d'éléments de renfort, dans le domaine automobile.**

**21. Utilisation d'une tôle d'acier laminée à chaud selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 19, pour la fabrication de renforts et pièces de structure pour l'industrie générale, et de pièces de résistance à l'abrasion**

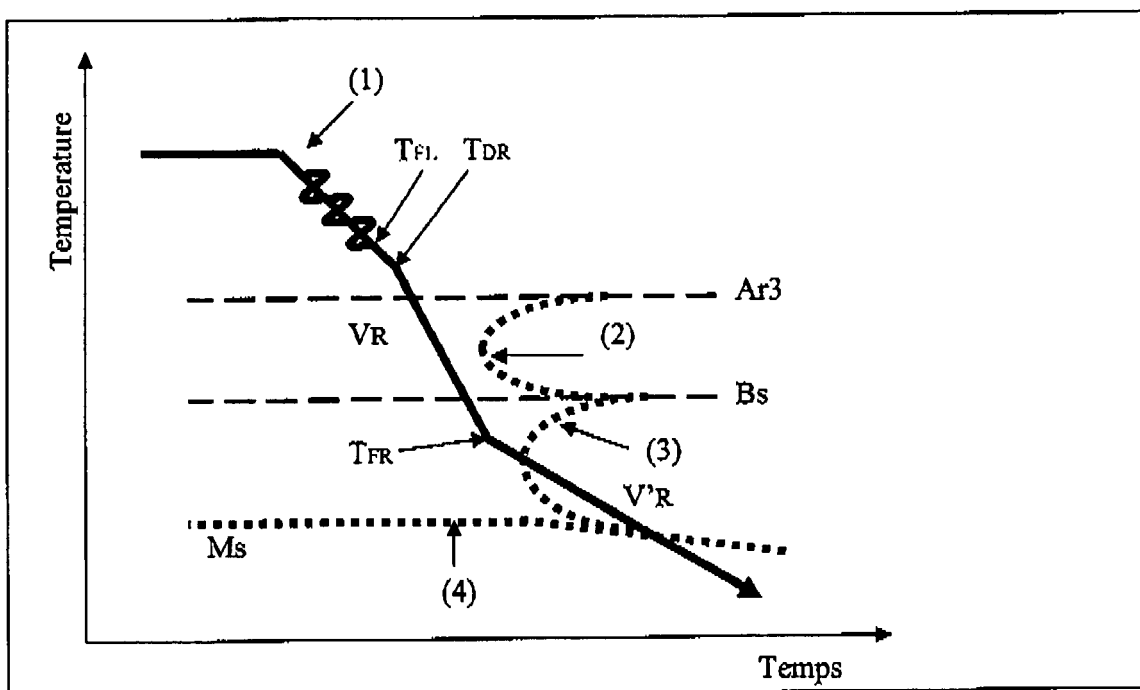
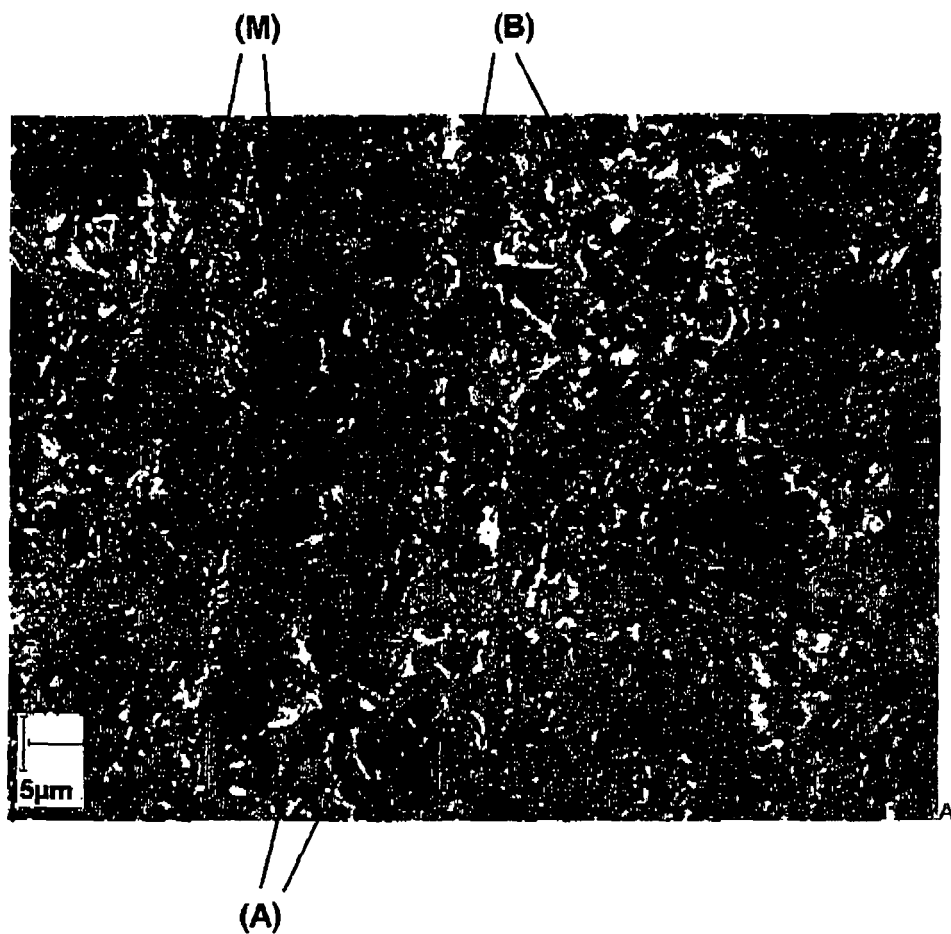


Figure 1



**Figure 2**



| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                   |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                            | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes                                                                                                                                                                                         | Revendication concernée                                                                                                                                                                                                                                         | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)                                                    |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | EP 0 725 156 A (CREUSOT LOIRE INDUSTRIE ; USINOR INDUSTEEL (FRANCE))<br>7 août 1996 (1996-08-07)<br>* page 5, ligne 49 - page 6, ligne 25;<br>revendications 1,7; exemple; tableau *                                                                                    | 1-21                                                                                                                                                                                                                                                            | INV.<br>C22C38/02<br>C22C38/04<br>C22C38/06<br>C22C38/34<br>C22C38/38<br>C21D1/19 |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN<br>vol. 1999, no. 02,<br>26 février 1999 (1999-02-26)<br>& JP 10 298648 A (NIPPON STEEL CORP),<br>10 novembre 1998 (1998-11-10)<br>* abrégé; tableaux 1,2 *                                                                                   | 1-21                                                                                                                                                                                                                                                            |                                                                                   |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | WO 2004/048631 A (USINOR; BEGUINOT, JEAN; BRISSON, JEAN-GEORGES; INDUSTEEL CREUSOT)<br>10 juin 2004 (2004-06-10)<br>* page 7, ligne 14 - page 8, ligne 22;<br>exemple; tableau *                                                                                        | 1,15,16                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                   |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | FR 2 847 273 A (USINOR)<br>21 mai 2004 (2004-05-21)<br>* page 7, ligne 24 - page 8, ligne 22;<br>exemple; tableau *                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                 | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (IPC)                                           |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | SUGIMOTO K ET AL: "STRETCH-FLANGEABILITY OF A HIGH-STRENGTH TRIP TYPE BAINITIC SHEET STEEL"<br>ISIJ INTERNATIONAL, IRON AND STEEL INSTITUTE OF JAPAN, TOKYO,, JP,<br>vol. 40, no. 9, 2000, pages 920-926,<br>XP001182010<br>ISSN: 0915-1559<br>* abrégé; tableaux 1,2 * | 1                                                                                                                                                                                                                                                               | C22C<br>C21D                                                                      |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                    | EP 1 512 760 A (KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO) 9 mars 2005 (2005-03-09)<br>* alinéas [0004] - [0010]; tableaux 1-3 *                                                                                                                                                  | 1                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                                                   |
| 2 Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                   |
| Lieu de la recherche<br>Munich                                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                         | Date d'achèvement de la recherche<br>3 juillet 2006                                                                                                                                                                                                             | Examineur<br>Lilimpakis, E                                                        |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES<br>X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |                                                                                                                                                                                                                                                                         | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                                                                   |

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

EP 06 29 0386

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.

03-07-2006

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche |   | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|-------------------------------------------------|---|------------------------|-----------------------------------------|------------------------|
| EP 0725156                                      | A | 07-08-1996             | DE 69613868 D1                          | 23-08-2001             |
|                                                 |   |                        | DE 69613868 T2                          | 29-11-2001             |
|                                                 |   |                        | FR 2729974 A1                           | 02-08-1996             |
|                                                 |   |                        | JP 8239738 A                            | 17-09-1996             |
|                                                 |   |                        | US 5695576 A                            | 09-12-1997             |
| -----                                           |   |                        |                                         |                        |
| JP 10298648                                     | A | 10-11-1998             | AUCUN                                   |                        |
| -----                                           |   |                        |                                         |                        |
| WO 2004048631                                   | A | 10-06-2004             | AU 2003294049 A1                        | 18-06-2004             |
|                                                 |   |                        | BR 0315696 A                            | 20-09-2005             |
|                                                 |   |                        | CA 2506353 A1                           | 10-06-2004             |
|                                                 |   |                        | CN 1745189 A                            | 08-03-2006             |
|                                                 |   |                        | EP 1563110 A1                           | 17-08-2005             |
|                                                 |   |                        | FR 2847273 A1                           | 21-05-2004             |
|                                                 |   |                        | JP 2006506530 T                         | 23-02-2006             |
|                                                 |   |                        | ZA 200504149 A                          | 22-11-2005             |
| -----                                           |   |                        |                                         |                        |
| FR 2847273                                      | A | 21-05-2004             | AU 2003294049 A1                        | 18-06-2004             |
|                                                 |   |                        | BR 0315696 A                            | 20-09-2005             |
|                                                 |   |                        | CA 2506353 A1                           | 10-06-2004             |
|                                                 |   |                        | CN 1745189 A                            | 08-03-2006             |
|                                                 |   |                        | EP 1563110 A1                           | 17-08-2005             |
|                                                 |   |                        | WO 2004048631 A1                        | 10-06-2004             |
|                                                 |   |                        | JP 2006506530 T                         | 23-02-2006             |
|                                                 |   |                        | ZA 200504149 A                          | 22-11-2005             |
| -----                                           |   |                        |                                         |                        |
| EP 1512760                                      | A | 09-03-2005             | US 2005081966 A1                        | 21-04-2005             |
| -----                                           |   |                        |                                         |                        |

EPO FORM P0480

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

**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- US 6364968 B [0006]
- US 4472208 A [0007]
- JP 2004332100 B [0008]
- JP 2004190063 B [0009]