



(11) **EP 1 844 173 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**11.03.2009 Bulletin 2009/11**

(51) Int Cl.:  
**C22C 38/04 (2006.01)**

(21) Numéro de dépôt: **06709055.5**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2006/000043**

(22) Date de dépôt: **10.01.2006**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2006/077301 (27.07.2006 Gazette 2006/30)**

(54) **PROCEDE DE FABRICATION DE TOLES D'ACIER AUSTENITIQUE FER-CARBONE-MANGANESE ET TOLES AINSI PRODUITES**

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON AUSTENITISCHEN EISEN-KOHLNSTOFF-MANGAN-  
BLECHEN UND AUF DIESE WEISE HERGESTELLTE BLECHE

METHOD FOR PRODUCING AUSTENITIC IRON-CARBON-MANGANESE METAL SHEETS, AND  
SHEETS PRODUCED THEREBY

(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**

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

(30) Priorité: **21.01.2005 FR 0500637**

(56) Documents cités:  
**EP-A- 1 067 203 FR-A- 2 829 775**  
**FR-A- 2 857 980**

(43) Date de publication de la demande:  
**17.10.2007 Bulletin 2007/42**

(73) Titulaire: **ArcelorMittal France**  
**93200 Saint-Denis (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **SCOTT, Colin**  
**F-57950 Montigny-les-Metz (FR)**  
• **CUGY, Philippe**  
**F-57100 Thionville (FR)**  
• **ROSCINI, Maurita**  
**F-57140 Plesnois (FR)**  
• **DEZ, Anne**  
**F-57050 Plappeville (FR)**  
• **CORNETTE, Dominique**  
**F-57940 Volstroff (FR)**

- **DANIELOU A. ET AL.:** "Fatigue mechanisms in an interstitial free steel: analysis through the behaviour of UHP [alpha]-iron doped with C and Mn" **MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING A**, vol. A319-321, 27 août 2000 (2000-08-27), pages 550-554, XP002327724 ELSEVIER, SWITZERLAND
- **DE COOMAN B C:** "Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite" **CURRENT OPINION IN SOLID STATE AND MATERIALS SCIENCE, ELSEVIER SCIENCE, OXFORD, GB**, vol. 8, no. 3-4, juin 2004 (2004-06), pages 285-303, XP004742054 ISSN: 1359-0286

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

**EP 1 844 173 B1**

## Description

**[0001]** L'invention concerne la fabrication de tôles laminées à chaud et à froid d'aciers austénitiques fer-carbone-manganèse présentant de très hautes caractéristiques mécaniques, et notamment une résistance mécanique élevée combinée à une excellente résistance à la fissuration différée.

**[0002]** On sait que certaines applications, notamment dans le domaine automobile, requièrent un allègement et une résistance accrues des structures métalliques en cas de choc ainsi qu'une bonne aptitude à l'emboutissage : Ceci nécessite l'emploi de matériaux structuraux combinant une résistance élevée à la rupture et une grande aptitude à la déformation. Pour répondre à ces besoins, le brevet FR 2 829 775 divulgue par exemple des alliages austénitiques ayant pour éléments principaux : fer-carbone (jusqu'à 2%) manganèse (entre 10 et 40%) susceptibles d'être laminés à chaud ou à froid, présentant une résistance susceptible d'excéder 1200MPa. Le mode de déformation de ces aciers ne dépend que de l'énergie de défaut d'empilement : pour une énergie de défaut d'empilement suffisamment élevée, on observe un mode de déformation mécanique par maclage, ce qui permet d'obtenir une grande capacité d'écroutissage. En faisant obstacle à la propagation des dislocations, les macles participent à l'augmentation de la limite d'écoulement. Cependant, lorsque l'énergie de défaut d'empilement excède un certain seuil, le glissement des dislocations parfaites devient le mécanisme de déformation dominant et la capacité d'écroutissage est moindre. Le brevet précité divulgue donc des nuances d'acier Fe-C-Mn dont l'énergie de défaut d'empilement est telle qu'un écroutissage important est observé, allié à une résistance mécanique très élevée.

**[0003]** Or on sait que la sensibilité à la fissuration différée augmente avec la résistance mécanique, en particulier après certaines opérations de mise en forme à froid puisque des contraintes résiduelles importantes sont susceptibles de subsister après déformation. En combinaison avec de l'hydrogène atomique éventuellement présent dans le métal, ces contraintes sont susceptibles de conduire à une fissuration différée, c'est-à-dire intervenant un certain temps après la déformation elle-même. L'hydrogène peut s'accumuler progressivement par diffusion dans les défauts du réseau cristallin comme les interfaces matrice/inclusion, les joints de macles et les joints de grains. C'est dans ces derniers que l'hydrogène peut devenir nocif lorsqu'il atteint une concentration critique après un certain temps. Ce délai résulte du champ de répartition des contraintes résiduelles et de la cinétique de diffusion de l'hydrogène, le coefficient de diffusion de l'hydrogène à température ambiante étant faible, plus particulièrement dans les alliages à structure austénitique où le parcours moyen par seconde de cet élément est de l'ordre de 0,03 micromètres. De plus, l'hydrogène localisé aux joints de grains affaiblit leur cohésion et favorise l'apparition de fissures intergranulaires différées.

**[0004]** Il existe donc un besoin de disposer d'aciers laminés à chaud ou à froid présentant simultanément une résistance élevée et une grande ductilité, alliées à une très haute résistance à la rupture différée.

**[0005]** Il existe également un besoin de disposer de tels aciers dans des conditions économiques, c'est-à-dire avec des conditions de fabrication compatibles avec les impératifs de productivité des lignes industrielles existantes, ainsi qu'avec des coûts acceptables pour ce type de produits. On sait en particulier qu'il est possible de réduire significativement la teneur en hydrogène par des traitements thermiques spécifiques de dégazage. Outre leur coût additionnel, les conditions thermiques de ces traitements conduisent éventuellement à un grossissement du grain ou à une précipitation de cémentite dans ces aciers, parfois incompatible avec les exigences en termes de propriétés mécaniques. Le but de l'invention est donc de disposer d'une tôle ou d'un produit d'acier laminé à chaud ou à froid de fabrication économique, présentant une résistance supérieure à 900 MPa, un allongement à rupture supérieur à 50%, particulièrement apte à la mise en forme à froid et présentant une très haute résistance à la fissuration différée, sans nécessité particulière de traitement thermique spécifique de dégazage.

**[0006]** A cet effet, l'invention a pour objet une tôle en acier austénitique fer-carbone-manganèse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$ ,  $15\% \leq Mn \leq 26\%$ ,  $Si \leq 3\%$ ,  $Al \leq 0,050\%$ ,  $S \leq 0,030\%$ ,  $P \leq 0,080\%$ ,  $N \leq 0,1\%$ , au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène :  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ ,  $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$ ,  $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$  et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi  $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$ ,  $Ni \leq 1\%$ ,  $Cu \leq 5\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la quantité d'éléments métalliques sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant :  $0,030\% \leq V_p \leq 0,150\%$ ,  $0,030\% \leq Ti_p \leq 0,130\%$ ,  $0,040\% \leq Nb_p \leq 0,220\%$ ,  $0,070\% \leq Cr_p \leq 0,6\%$ ,  $0,14\% \leq Mo_p \leq 0,44\%$ .

**[0007]** Préférentiellement, la composition de l'acier comprend :  $0,50\% \leq C \leq 0,70\%$  Selon un mode préféré, la composition de l'acier comprend :  $17\% \leq Mn \leq 24\%$

**[0008]** Selon un mode préféré, la composition de l'acier comprend  $0,070\% \leq V \leq 0,40\%$ , la quantité de vanadium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant  $0,070\% \leq V_p \leq 0,140\%$

**[0009]** A titre préférentiel, la composition de l'acier comprend  $0,060\% \leq Ti \leq 0,40\%$ , la quantité de titane sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant :  $0,060\% \leq Ti_p \leq 0,110\%$

**[0010]** La composition de l'acier comprend avantageusement  $0,090\% \leq Nb \leq 0,40\%$ , la quantité de niobium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant :  $0,090\% \leq Nb_p \leq 0,200\%$

**[0011]** De préférence, la composition de l'acier comprend  $0,20\% \leq Cr \leq 1,8\%$ , la quantité en chrome sous forme de

carbures précipités étant  $0,20\% \leq Cr_p \leq 0,5\%$

**[0012]** Préférentiellement, la composition de l'acier comprend  $0,20\% \leq Mo \leq 1,8\%$ , la quantité en molybdène sous forme de carbures précipités étant  $0,20\% \leq Mo_p \leq 0,35\%$

**[0013]** Selon un mode préféré, la taille moyenne des précipités est comprise entre 5 et 25 nanomètres, et plus préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres. Avantageusement, au moins 75% de la population desdits précipités se trouve située en position intragranulaire

**[0014]** L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid en acier austénitique fer-carbone-manganèse selon lequel on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

**[0015]**  $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$ ,  $15\% \leq Mn \leq 26\%$ ,  $Si \leq 3\%$ ,  $Al \leq 0,050\%$ ,  $S \leq 0,030\%$ ,  $P \leq 0,080\%$ ,  $N \leq 0,1\%$ , au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène :  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ ,  $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$ ,  $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$ , et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi  $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$ ,  $Ni \leq 1\%$ ,  $Cu \leq 5\%$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier, on porte ce demi-produit à une température comprise entre 1100 et 1300°C, on lamine à chaud ce demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 890°C, on bobine la tôle obtenue à une température inférieure à 580°C, on lamine à froid la tôle et on effectue un traitement thermique de recuit comprenant une phase de chauffage avec une vitesse de chauffage  $V_c$ , une phase de maintien à une température  $T_m$  pendant un temps de maintien  $t_m$ , suivie d'une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement  $V_r$ , suivie optionnellement d'une phase de maintien à une température  $T_u$  pendant un temps de maintien  $t_u$ , les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  étant ajustés pour obtenir la quantité d'éléments métalliques précipités mentionnée ci-dessus.

**[0016]** Selon un mode préféré, les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  sont ajustés de telle sorte que la taille moyenne des précipités de carbures, nitrures ou de carbonitrures après le recuit soit comprise entre 5 et 25 nanomètres, et préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres.

**[0017]** Les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  sont ajustés avantageusement de telle sorte qu'au moins 75% de la population des précipités après le recuit se trouve située en position intragranulaire.

**[0018]** Selon un mode préféré, on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ , on lamine à chaud le demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 950°C, on bobine la tôle à une température inférieure à 500°C, on lamine à froid la tôle avec un taux de réduction supérieur à 30%, on effectue un traitement thermique de recuit avec une vitesse de chauffage  $V_c$  comprise entre 2 et 10°C/s, à une température  $T_m$  comprise entre 700 et 870°C pendant un temps compris entre 30 et 180 s, et on refroidit la tôle à une vitesse comprise entre 10 et 50°C/s.

**[0019]** La vitesse de chauffage  $V_c$  est préférentiellement comprise entre 3 et 7°C/s. Selon un mode préféré, la température de maintien  $T_m$  est comprise entre 720 et 850°C.

**[0020]** La coulée du demi-produit est avantageusement effectuée sous forme de coulée de brames ou de bandes minces entre cylindres d'acier contra-rotatifs. L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier austénitique décrite ci-dessus ou fabriquée par un procédé décrit ci-dessus, pour la fabrication de pièces de structure, d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures, dans le domaine automobile.

**[0021]** D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous, donnée à titre d'exemple. Après de nombreux essais, les inventeurs ont montré que les différentes exigences rapportées ci-dessus peuvent être satisfaites en observant les conditions suivantes :

**[0022]** En ce qui concerne la composition chimique de l'acier, le carbone joue un rôle très important sur la formation de la microstructure et les propriétés mécaniques: il augmente l'énergie de défaut d'empilement et favorise la stabilité de la phase austénitique. En combinaison avec une teneur en manganèse allant de 15 à 26% en poids, cette stabilité est obtenue pour une teneur en carbone supérieure ou égale à 0,45%. Cependant, pour une teneur en carbone supérieure à 0,75%, il devient difficile d'éviter une précipitation excessive de carbures au cours de certains cycles thermiques lors de la fabrication industrielle, précipitation qui dégrade la ductilité.

**[0023]** Préférentiellement, la teneur en carbone est comprise entre 0,50 et 0,70% en poids de façon à obtenir une résistance suffisante alliée à une précipitation optimale de carbures ou de carbonitrures.

**[0024]** Le manganèse est également un élément indispensable pour accroître la résistance, augmenter l'énergie de défaut d'empilement et stabiliser la phase austénitique. Si sa teneur est inférieure à 15%, il existe un risque de formation de phases martensitiques qui diminuent très notablement l'aptitude à la déformation. Par ailleurs, lorsque la teneur en manganèse est supérieure à 26%, la ductilité à température ambiante est dégradée. De plus, pour des questions de coût, il n'est pas souhaitable que la teneur en manganèse soit élevée.

**[0025]** Préférentiellement, la teneur en manganèse est comprise entre 17 et 24% de façon à optimiser l'énergie de défaut d'empilement et à éviter la formation de martensite sous l'effet d'une déformation. Par ailleurs, lorsque la teneur en manganèse est supérieure à 24%, le mode de déformation par maillage est moins favorisé par rapport au mode de glissement de dislocations parfaites.

**[0026]** L'aluminium est un élément très efficace pour la désoxydation de l'acier. Comme le carbone, il augmente l'énergie de défaut d'empilement. Cependant, sa présence excessive dans des aciers à forte teneur en manganèse présente un inconvénient : en effet, le manganèse augmente la solubilité de l'azote dans le fer liquide. Si une quantité d'aluminium trop importante est présente dans l'acier, l'azote se combinant avec l'aluminium précipite sous forme de nitrures d'aluminium gênant la migration des joints de grain lors de la transformation à chaud et augmente très notablement le risque d'apparitions de fissures en coulée continue. De plus, comme il sera expliqué plus loin, une quantité suffisante d'azote doit être disponible pour former de fins précipités de carbo-nitrures pour l'essentiel. Une teneur en Al inférieure ou égale à 0,050 % permet d'éviter une précipitation d'AlN et de garder une teneur suffisante en azote pour la précipitation des éléments mentionnés ci-dessous.

**[0027]** Corrélativement, la teneur en azote doit être inférieure ou égale à 0,1% afin d'éviter cette précipitation et la formation de défauts volumiques (soufflures) lors de la solidification. De plus, en présence d'éléments susceptibles de précipiter sous forme de nitrures, tels que le vanadium, le niobium, le titane, la teneur en azote ne doit pas excéder 0,1% sous peine d'obtenir une précipitation grossière inefficace vis-à-vis du piégeage de l'hydrogène.

**[0028]** Le silicium est également un élément efficace pour désoxyder l'acier ainsi que pour durcir en phase solide. Cependant, au-delà d'une teneur de 3%, il diminue l'allongement, tend à former des oxydes indésirables lors de certains procédés d'assemblage et doit donc être tenu inférieur à cette limite.

**[0029]** Le soufre et le phosphore sont des impuretés fragilisant les joints de grains. Leur teneur respective doit être inférieure ou égale à 0,030 et 0,080% afin de maintenir une ductilité à chaud suffisante.

**[0030]** A titre optionnel, le bore peut être ajouté en quantité comprise entre 0,0005 et 0,003%. Cet élément ségrège aux joints de grains austénitiques et renforce leur cohésion. Au-dessous de 0,0005%, cet effet n'est pas obtenu. Au delà de 0,003%, le bore précipite sous forme de borocarbures, et l'effet est saturé.

**[0031]** Le nickel peut être utilisé à titre optionnel pour augmenter la résistance de l'acier par durcissement en solution solide. Le nickel contribue à obtenir un allongement à rupture important et augmente en particulier la ténacité. Cependant, il est également souhaitable pour des questions de coûts, de limiter la teneur en nickel à une teneur maximale inférieure ou égale à 1 %.

**[0032]** De même, à titre optionnel, une addition de cuivre jusqu'à une teneur inférieure ou égale à 5% est un moyen de durcir l'acier par précipitation de cuivre métallique. Cependant, au-delà de cette teneur, le cuivre est responsable de l'apparition de défauts de surface en tôle à chaud.

**[0033]** Les éléments métalliques susceptibles de former des précipités, tels que le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène, jouent un rôle important dans le cadre de l'invention.

**[0034]** En effet, on sait que la fissuration différée est provoquée par une concentration locale excessive en hydrogène, en particulier aux joints de grains austénitiques. Les inventeurs ont mis en évidence que certains types de précipités, dont la nature, la quantité, la taille et la répartition sont définies de manière précise selon l'invention, réduisaient très notablement la sensibilité à la fissuration différée, et ceci sans diminuer les propriétés de ductilité et de ténacité.

**[0035]** Les inventeurs ont tout d'abord mis en évidence que des carbures, nitrures ou des carbonitrures précipités de vanadium, de titane ou de niobium, étaient très efficaces pour servir de pièges à hydrogène. Des carbures de chrome ou de molybdène peuvent également jouer ce rôle. A température ambiante, l'hydrogène est alors piégé de façon irréversible à l'interface entre ces précipités et la matrice. Il est cependant nécessaire, pour assurer le piégeage de l'hydrogène résiduel qui pourrait être rencontré dans certaines conditions industrielles, que la quantité d'éléments métalliques sous forme de précipités soit supérieure ou égale à une teneur critique, dépendant de la nature des précipités. La quantité d'éléments métalliques sous forme de précipités de carbures, de nitrures, ou de carbonitrures, est désignée par  $V_p$ ,  $Ti_p$ ,  $Nb_p$ , respectivement pour le vanadium, le titane et le niobium, et par  $Cr_p$ ,  $Mo_p$  pour le chrome et le molybdène sous forme de carbures.

**[0036]** A ce titre, l'acier comprend un ou plusieurs éléments métalliques choisis parmi :

- le vanadium, en quantité comprise entre 0,050 et 0,50% en poids, et dont la quantité  $V_p$  sous forme de précipités est comprise entre 0,030% et 0,150% en poids. Préférentiellement, la teneur en vanadium est comprise entre 0,070% et 0,40%, la quantité  $V_p$  étant comprise entre 0,070% et 0,140% en poids.
- le titane, en quantité  $Ti$  comprise entre 0,040 et 0,50% en poids, la quantité  $Ti_p$  sous forme de précipités étant comprise entre 0,030% et 0,130%. Préférentiellement, la teneur en titane est comprise entre 0,060% et 0,40 %, la quantité  $Ti_p$  étant comprise entre 0,060% et 0,110% en poids.
- le niobium, en quantité comprise entre 0,070 et 0,50% en poids, la quantité  $Nb_p$  sous forme de précipités étant comprise entre 0,040 et 0,220%. Préférentiellement, la teneur en niobium est comprise entre 0,090% et 0,40 %, la quantité  $Nb_p$  étant comprise entre 0,090% et 0,200% en poids
- le chrome, en quantité comprise entre 0,070% et 2% en poids, la quantité  $Cr_p$  sous forme de précipités étant comprise entre 0,070% et 0,6%. Préférentiellement, la teneur en chrome est comprise entre 0,20% et 1,8%, la quantité  $Cr_p$  étant comprise entre 0,20 et 0,5%
- Le molybdène, en quantité comprise entre 0,14 et 2%% en poids, la quantité  $Mo_p$  sous forme de précipités est

comprise entre 0,14 et 0,44%. Préférentiellement, la teneur en molybdène est comprise entre 0,20 et 1,8%, la quantité Mo<sub>p</sub> étant comprise entre 0,20 et 0,35%.

**[0037]** La valeur minimale exprimée pour ces différents éléments (par exemple 0,050% pour le vanadium) correspond à une quantité d'addition nécessaire pour former des précipités compte tenu des cycles thermiques de fabrication. Une teneur minimale préférentielle (par exemple de 0,070% pour le vanadium) est recommandée, de façon à obtenir une quantité de précipités plus importante.

**[0038]** La valeur maximale exprimée pour ces différents éléments (par exemple 0,50% pour le vanadium) correspond à une précipitation excessive, ou sous une forme non appropriée, détériorant les propriétés mécaniques, ou à une mise en oeuvre non économique de l'invention. Une teneur maximale préférentielle (par exemple de 0,40% pour le vanadium) est recommandée, de façon à optimiser l'addition de l'élément.

**[0039]** La valeur minimale d'éléments métalliques sous forme de précipités (par exemple 0,030% dans le cas du vanadium) correspond à une quantité de précipités pour réduire de façon très efficace la sensibilité à la fissuration différée. Une quantité minimale préférentielle (par exemple 0,070% dans le cas du vanadium) est recommandée, de façon à obtenir une résistance particulièrement élevée à la fissuration différée.

**[0040]** La valeur maximale d'éléments métalliques sous forme de précipités (par exemple 0,150% pour le vanadium) marque une détérioration de la ductilité ou de la ténacité, la rupture s'amorçant sur les précipités. Par ailleurs, au-delà de cette valeur maximale, une précipitation intense intervient, qui peut empêcher une recristallisation totale lors de traitements thermiques de recuit continu après laminage à froid.

**[0041]** Une teneur maximale préférentielle sous forme de précipités (par exemple 0,140% pour le vanadium) est recommandée, de façon à ce que la ductilité soit conservée le plus possible et à ce que la précipitation obtenue soit compatible avec la recristallisation lors des conditions usuelles de recuit de recristallisation.

**[0042]** En outre, les inventeurs ont mis en évidence qu'une taille moyenne de précipités trop importante réduisait l'efficacité du piégeage. On entend ici par taille moyenne de précipités la taille qui peut être mesurée par exemple à partir de répliques avec extraction, suivies d'observations par microscopie électronique en transmission : on mesure le diamètre (dans le cas de précipités sphériques ou quasi-sphériques) ou la plus grande longueur (dans le cas de précipités de forme irrégulière) de chaque précipité, puis on établit un histogramme de distribution de la taille de ces précipités dont on calcule la moyenne à partir du comptage d'un nombre statistiquement représentatif de particules. Au-delà d'une taille moyenne de 25 nanomètres, l'efficacité du piégeage de l'hydrogène décroît en raison de la diminution de l'interface entre les précipités et la matrice. A quantité précipitée donnée, une taille moyenne de précipités excédant 25 nanomètres diminue également la densité de précipités présents, accroissant ainsi excessivement la distance inter-sites de piégeage. La surface interfaciale de piégeage pour l'hydrogène est également réduite. Préférentiellement, la taille moyenne de précipités est inférieure à 20 nanomètres afin de piéger la quantité d'hydrogène la plus grande possible.

**[0043]** Cependant, lorsque la taille moyenne de particules est inférieure à 5 nanomètres, les précipités auront tendance à se former de manière cohérente avec la matrice, réduisant ainsi la faculté de piégeage. La difficulté de contrôle de ces précipités très fins est également accrue. On évite de façon optimale ces difficultés lorsque la taille moyenne de précipités est supérieure à 7 nanomètres. Cette valeur moyenne peut intégrer la présence de nombreux précipités très fins, dont la taille est de l'ordre du nanomètre.

**[0044]** Les inventeurs ont également mis en évidence que les précipités sont avantageusement situés en position intragranulaire pour réduire la sensibilité à la fissuration différée : en effet, lorsque au moins 75% de la population des précipités est située en position intragranulaire, la répartition de l'hydrogène éventuellement présent se fait de façon plus homogène, sans accumulation aux joints de grains austénitiques qui sont des sites potentiels de fragilisation. L'addition d'un des éléments précités, en particulier le chrome, permet d'obtenir une précipitation de carbures variés tels que MC, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>3</sub>C où M désigne non seulement l'élément métallique mais aussi le Fe ou le Mn, éléments présents dans la matrice. La présence du fer et du manganèse au sein des précipités permet d'accroître à moindre coût la quantité de précipités, renforçant ainsi l'efficacité de la précipitation.

**[0045]** Les inventeurs ont également mis en évidence que des additions de vanadium, celui-ci étant précipité sous forme de carbures de vanadium VC, nitrures de vanadium VN, carbonitrures plus ou moins complexes V(CN), étaient particulièrement avantageuses dans le cadre de l'invention.

**[0046]** En effet, l'invention a pour objet de disposer simultanément d'aciers à très hautes caractéristiques mécaniques et peu sensibles à la rupture différée. Comme on l'a évoqué ci-dessus dans le cadre de la fabrication d'une tôle laminée à froid et recuite, il convient que l'acier soit totalement recristallisé après le cycle de recuit. Une précipitation trop précoce, intervenant par exemple au stade de la coulée, du laminage à chaud ou du bobinage, sera un frein éventuel à la recristallisation et risque de durcir le métal et d'augmenter les efforts de laminage à chaud ou à froid. Elle sera également d'une moindre efficacité car elle interviendra de façon significative sur les joints de grains austénitiques. La taille de ces précipités formés à haute température sera plus importante, souvent supérieure à 25 nanomètres.

**[0047]** Les inventeurs ont mis en évidence que des additions de vanadium étaient particulièrement désirables dans la mesure où la précipitation de cet élément n'intervient pratiquement pas durant le laminage à chaud ou le bobinage.

De la sorte, les réglages préexistants d'efforts de laminage à chaud et à froid ne sont pas à modifier et tout le vanadium est disponible pour une précipitation très fine et homogène lors du cycle de recuit ultérieur après laminage à froid. La précipitation intervient sous forme de VC et sous forme de VN ou V(CN) nanométrique répartie de façon homogène, la grande majorité des précipités étant située en position intragranulaire, c'est à dire sous la forme la plus souhaitable pour le piégeage de l'hydrogène. De plus, cette fine précipitation limite la croissance du grain, une taille de grain austénitique plus fine peut ainsi être obtenue après recuit.

**[0048]** La mise en oeuvre du procédé de fabrication selon l'invention est la suivante On élabore un acier dont la composition comprend :  $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$   $15\% \leq Mn \leq 26\%$ ,  $Si \leq 3\%$ ,  $Al \leq 0,050\%$ ,  $S \leq 0,030$ ,  $P \leq 0,080\%$ ,  $N \leq 0,1\%$ , un ou plusieurs éléments choisis parmi  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ ,  $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$ ,  $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$ ,  $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$ , et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi  $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$ ,  $Ni \leq 1\%$ ,  $Cu \leq 5\%$ , le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration.

**[0049]** Cette élaboration peut être suivie d'une coulée en lingots, ou en continu sous forme de brames d'épaisseur de l'ordre de 200mm. On peut également effectuer avec profit la coulée sous forme de brames minces, de quelques dizaines de millimètres d'épaisseur, ou de bandes minces de quelques millimètres. Lorsque certains éléments d'addition selon l'invention tels que le titane ou le niobium sont présents, la coulée sous forme de produits minces conduira plus particulièrement à une précipitation de nitrures ou de carbonitrures très fins et stables thermiquement, dont la présence réduit la sensibilité à la fissuration différée.

**[0050]** Ces demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température comprise entre 1100 et 1300°C. Ceci a pour but d'atteindre en tout point les domaines de température favorables aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage. Cependant, la température de réchauffage ne doit pas être supérieure à 1300°C sous peine d'être trop proche de la température de solidus qui pourrait être atteinte dans d'éventuelles zones enrichies localement en manganèse et/ou en carbone et de provoquer un passage local par un état liquide qui serait néfaste pour la mise en forme à chaud. Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces, l'étape de laminage à chaud de ces demi-produits débutant entre 1300 et 1000°C peut se faire directement après coulée sans passer par l'étape de réchauffage intermédiaire.

**[0051]** On lamine à chaud le demi-produit, par exemple pour arriver à une épaisseur de bande laminée à chaud de 2 à 5 millimètres d'épaisseur, voire 1 à 5 mm dans le cas de demi-produit provenant d'une coulée en brames minces, ou 0,5 à 3 mm dans le cas d'une coulée de bandes minces. La faible teneur en aluminium de l'acier selon l'invention permet d'éviter une précipitation excessive d'AIN qui nuirait à la déformabilité à chaud lors du laminage. Afin d'éviter tout problème de fissuration par manque de ductilité, la température de fin de laminage doit être supérieure ou égale à 890°C.

**[0052]** Après laminage, la bande doit être bobinée à une température telle qu'une précipitation de carbures, essentiellement de la cémentite  $(Fe,Mn)_3C$  intergranulaire, n'intervienne pas significativement, ce qui conduirait à une diminution de certaines propriétés mécaniques. Ceci est obtenu lorsque la température de bobinage est inférieure à 580°C. On choisira également les conditions d'élaboration de telle sorte que le produit obtenu soit complètement recristallisé.

**[0053]** On peut alors procéder à un laminage à froid ultérieur suivi d'un recuit. Cette étape supplémentaire permet d'obtenir une taille de grain inférieure à celle obtenue sur bande à chaud et donc à des propriétés de résistance plus élevées. Elle doit naturellement être mise en oeuvre si l'on cherche à obtenir des produits d'épaisseur plus fine, allant par exemple de 0,2 mm à quelques mm d'épaisseur.

**[0054]** Partant d'un produit laminé à chaud obtenu par le procédé décrit ci-dessus, on effectue un laminage à froid après avoir éventuellement réalisé un décapage préalable de façon usuelle. Après cette étape de laminage, le grain est très écroui, et il convient d'effectuer un recuit de recristallisation : ce traitement a pour effet de restaurer la ductilité et d'obtenir une précipitation selon l'invention. Ce recuit effectué de préférence en continu comporte les étapes successives suivantes :

- Une phase de chauffage caractérisée par une vitesse de chauffage  $V_c$ ,
- une phase de maintien à une température  $T_m$  pendant un temps de maintien  $t_m$ ,
- Une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement  $V_r$ ,
- Optionnellement une phase de maintien à une température  $T_u$  pendant un temps de maintien  $t_u$

**[0055]** Avant la phase optionnelle de maintien à la température  $T_u$ , le produit peut être éventuellement refroidi jusqu'à la température ambiante. Cette phase de maintien à la température  $T_u$  peut être éventuellement réalisée au sein d'un dispositif distinct, par exemple un four permettant le recuit statique de bobines d'acier.

**[0056]** Le choix précis des paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  est usuellement effectué de telle sorte que les propriétés mécaniques recherchées soient obtenues, en particulier grâce à une recristallisation complète. En outre, dans le cadre de l'invention l'homme du métier ajustera en fonction notamment du taux de laminage à froid, ceux-ci de telle sorte que la quantité d'éléments métalliques (V, Ti, Nb, Cr, Mo) présents sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités après le recuit soit comprise au sein des teneurs mentionnées ci-dessus ( $V_p$ ,  $Ti_p$ ,  $Nb_p$ ,  $Cr_p$ ,  $Mo_p$ )

**[0057]** L'homme du métier ajustera également ces paramètres de recuit de telle sorte que la taille moyenne de ces précipités soit comprise entre 5 et 25 nanomètres, et préférentiellement entre 7 et 20 nanomètres.

**[0058]** On pourra également ajuster ces paramètres de telle sorte qu'une grande majorité de la précipitation intervienne de façon homogène dans la matrice, c'est-à-dire que les précipités soient situés à au moins 75% en position intragranulaire.

**[0059]** En particulier, on mettra avantageusement en oeuvre l'invention grâce à des additions de vanadium. Pour cela, on élaborera un acier de composition :  $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$ ,  $15\% \leq Mn \leq 26\%$ ,  $Si \leq 3\%$ ,  $Al \leq 0,050\%$ ,  $S \leq 0,030\%$ ,  $P \leq 0,080\%$ ,  $N \leq 0,1\%$ ,  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ , et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi  $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$ ,  $Ni \leq 1\%$ ,  $Cu \leq 5\%$ . On fabrique de façon optimale une tôle d'acier selon l'invention en coulant un demi-produit, en portant celui-ci à une température comprise entre 1100 et 1300°C, en laminant à chaud ce demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 950°C, puis en effectuant un bobinage à une température inférieure à 500°C.

**[0060]** On lamine à froid la tôle avec un taux de réduction supérieur à 30% (le taux de réduction étant défini par : (épaisseur de la tôle avant laminage à froid - épaisseur de la tôle après laminage à froid)/(épaisseur de la tôle avant laminage à froid)). Le taux de 30% correspond à une déformation minimale de façon à obtenir une recristallisation. On effectue ensuite un traitement thermique de recuit avec une vitesse de chauffage  $V_c$  comprise entre 2 et 10°C/s (préférentiellement entre 3 et 7°C/s), à une température  $T_m$  comprise entre 700 et 870°C (préférentiellement entre 720 et 850°C) pendant un temps compris entre 30 et 180s et on refroidira la tôle à une vitesse comprise entre 10 et 50°C/s.

**[0061]** On obtient de la sorte un acier dont la résistance est supérieure à 1000MPa, dont l'allongement à rupture est supérieur à 50%, offrant une excellente résistance à la fissuration différée en raison de la précipitation très fine et homogène de carbonitrides de vanadium.

**[0062]** Dans le cas d'additions de Cr ou de Mo selon l'invention, on effectuera avec profit un traitement de maintien en température ultérieur au recuit de recristallisation de telle sorte que la précipitation de carbures nanométriques de chrome ou de molybdène n'interagisse pas avec la recristallisation. Ceci pourra être effectué sur des installations de recuit continu au sein d'une zone de survieillessement suivant immédiatement la phase de refroidissement évoquée ci-dessus. L'homme du métier ajustera donc les paramètres de cette phase de maintien (température  $T_u$ , temps de maintien  $t_u$ ) de façon à obtenir la précipitation de carbures de chrome et de molybdène selon l'invention. Il est également possible de réaliser cette précipitation grâce à un recuit ultérieur en bobines.

**[0063]** A titre d'exemple non limitatif, les résultats suivants vont montrer les caractéristiques avantageuses conférées par l'invention.

#### Exemple :

**[0064]** On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous (compositions exprimées en pourcentage pondéral. Outre les aciers I1 et I2, selon l'invention, on a indiqué à titre de comparaison la composition d'aciers de référence : L'acier R1 a une très faible teneur en vanadium. Une tôle d'acier laminée à froid de l'acier R2, dans les conditions détaillées ci-dessous, comporte une quantité trop importante de précipités (voir tableau 2). L'acier R3 a une teneur excessive en vanadium.

Tableau 1 : Composition des aciers

Acier	C	Mn	Si	S	P	Al	Cu	Ni	N	B	V
11	0,635	21,79	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,160
12	0,595	21,80	0,200	0,006	0,007	0,004	<0,002	<0,01	0,003	0,0023	0,225
R1	0,600	21,84	0,198	0,007	0,006	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,013
R2	0,625	21,65	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,405
R3	0,625	21,64	0,01	0,003	0,007	0,005	<0,002	<0,01	0,003	<0,0005	0,865
I1-2 : selon l'invention. R1-3 : Référence											

**[0065]** Des demi-produits de ces aciers ont été réchauffés à 1180°C, laminés à chaud jusqu'à une température de 950°C pour les amener à une épaisseur de 3mm puis bobinés à la température de 500°C.

**[0066]** Les tôles d'acier ainsi obtenues ont été ensuite laminées à froid avec un taux de réduction de 50% jusqu'à une épaisseur de 1,5mm, puis recuites dans les conditions présentées au tableau 2.

**[0067]** On a déterminé la quantité d'éléments métalliques précipités sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrides, dans ces différentes tôles par extraction chimique et dosage sélectif. Compte tenu des compositions et des conditions de fabrication, ces précipités éventuels sont ici à base de vanadium, majoritairement des carbonitrides de

## EP 1 844 173 B1

vanadium. La quantité de vanadium  $V_p$  sous forme de précipités a été reportée au tableau 2 ainsi que la taille moyenne des précipités mesurée à partir de répliques avec extraction observées par microscopie électronique en transmission.

Tableau 2 : Conditions de recuit après laminage à froid Etat de précipitation après recuit

Acier	Vc (°C/s)	Tm (°C)	tm (s)	Vr(°C/s)	Teneur en vanadium V (%)	Vp sous forme de précipités (%)	Taille moyenne des précipités (nm)
I1	3°C/s	825	180	25°C/s	0,160	0,053	17
I2	3°C/s	800	180	25°C/s	0,225	0,115	17
R1	3°C/s	825	180	25°C/s	0,013	0(*)	-
R2	3°C/s	850	180	25°C/s	0,405	0,219 (*)	15
R3	3°C/s	740	120	25°C/s	0,865(*)	nd	nd
(*) : Hors invention							

**[0068]** Le tableau 3 présente les caractéristiques mécaniques de traction : résistance et allongement à rupture, obtenues dans ces conditions. Par ailleurs, on a découpé des flans circulaires de 55mm de diamètre dans les tôles laminées à froid et recuites. Ces flans ont été ensuite emboutis par avalement sous forme de godets à fond plat (essais de rétreint Swift) en utilisant un poinçon de 33mm de diamètre. De la sorte, le facteur  $\beta$  caractérisant la sévérité de l'essai (rapport entre le diamètre de flan initial et le diamètre du poinçon) est de 1,66. On a ensuite relevé la présence éventuelle de micro-fissures soit immédiatement après mise en forme, soit après une période d'attente de 3 mois, caractérisant ainsi une éventuelle sensibilité à la fissuration différée. Les résultats de ces observations ont été également reportés au tableau 3.

Tableau 3 : Caractéristiques mécaniques de traction obtenues sur tôles laminées à froid et recuites, et caractéristiques d'emboutissabilité et de sensibilité à la fissuration différée

Acier	Résistance(MPa)	Allongement à rupture (%)	observées après emboutissage	Fissures observées après un temps d'attente de 3 mois
I1	1071	55	Non	Non
I2	1090	58	Non	Non
R1	1074	63	Non	Oui
R2	1168	35	Non	Non
R3	1417	28	n.d.	n.d.
n.d : non déterminé				

**[0069]** Dans le cas de l'acier de référence R3, la teneur totale en vanadium (0,865%) est excessive, et il est impossible d'obtenir une recristallisation même après un recuit à 850°C. Les propriétés d'allongement sont alors très insuffisantes.

**[0070]** Dans le cas de l'acier R2, même si la taille des précipités est adéquate, la précipitation de vanadium se produit en quantité excessive (0,219% de vanadium précipité) ce qui provoque une détérioration de l'allongement à rupture et des caractéristiques insuffisantes.

**[0071]** Dans le cas de l'acier R1, la précipitation souhaitée n'est pas présente et l'on relève une sensibilité à la rupture différée.

**[0072]** Les aciers I1 et I2 selon l'invention comportent des précipités de nature et de taille convenable. Ceux-ci sont localisés à plus de 75% en position intragranulaire. Ces aciers combinent à la fois d'excellentes caractéristiques mécaniques (résistance supérieure à 1000MPa, allongement supérieur à 55% et une haute résistance à la rupture différée. Cette dernière propriété est obtenue, même sans traitement thermique spécifique de dégazage.

**[0073]** Les tôles laminées à chaud ou à froid selon l'invention sont utilisées avec profit dans l'industrie automobile sous forme de pièces de structure, d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures qui, en raison de leur très haute résistance et de leur grande ductilité, contribuent à une réduction très efficace du poids des véhicules tout en accroissant la sécurité en cas de choc.



## Revendications

1. Tôle en acier austénitique fer-carbone-manganèse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,45\% \leq C \leq 0,75\%$$

$$15\% \leq Mn \leq 26\%$$

$$Si \leq 3\%$$

$$Al \leq 0,050\%$$

$$S \leq 0,030\%$$

$$P \leq 0,080\%$$

$$N \leq 0,1\%,$$

au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène

$$0,050\% \leq V \leq 0,50\%,$$

$$0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$$

$$0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$$

$$0,070\% \leq Cr \leq 2\%$$

$$0,14\% \leq Mo \leq 2\%$$

et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi

$$0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$$

$$Ni \leq 1\%$$

$$Cu \leq 5\%,$$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la quantité dudit au moins un élément métallique sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant :

$$0,030\% \leq V_p \leq 0,150\%,$$

$$0,030\% \leq Ti_p \leq 0,130\%$$

$$0,040\% \leq Nb_p \leq 0,220\%$$

$$0,070\% \leq Cr_p \leq 0,6\%$$

$$0,14\% \leq Mo_p \leq 0,44\%,$$

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

$$0,50\% \leq C \leq 0,70\%$$

3. Tôle en acier selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend, la teneur étant exprimée en poids

$$17\% \leq Mn \leq 24\%$$

4. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend  $0,070\% \leq V \leq 0,40\%$ , la quantité de vanadium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant

$$0,070\% \leq V_p \leq 0,140\%$$

5. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend  $0,060\% \leq Ti \leq 0,40\%$ , la quantité de titane sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant

$$0,060\% \leq Ti_p \leq 0,110\%$$

6. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend,  $0,090\% \leq Nb \leq 0,40\%$ , la quantité de niobium sous forme de carbures, nitrures ou de carbonitrures précipités étant

$$0,090\% \leq Nb_p \leq 0,200\%$$

7. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend  $0,20\% \leq Cr \leq 1,8\%$ , la quantité en chrome sous forme de carbures précipités étant

$$0,20\% \leq Cr_p \leq 0,5\%$$

8. Tôle en acier selon l'une des revendications 1 à 7, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier comprend

$0,20\% \leq \text{Mo} \leq 1,8\%$ , la quantité en molybdène sous forme de carbures précipités étant  
 $0,20\% \leq \text{Mo}_p \leq 0,35\%$

9. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisée en ce que** la taille moyenne desdits précipités est comprise entre 5 et 25 nanomètres

10. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 **caractérisée en ce que** la taille moyenne desdits précipités est comprise entre 7 et 20 nanomètres

11. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 **caractérisée en ce qu'**au moins 75% de la population desdits précipités se trouve située en position intragranulaire

12. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid en acier austénitique fer-carbone-manganèse selon lequel on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$0,45\% \leq \text{C} \leq 0,75\%$

$15\% \leq \text{Mn} \leq 26\%$

$\text{Si} \leq 3\%$

$\text{Al} \leq 0,050\%$

$\text{S} \leq 0,030\%$

$\text{P} \leq 0,080\%$

$\text{N} \leq 0,1\%$ ,

au moins un élément métallique choisi parmi le vanadium, le titane, le niobium, le chrome, le molybdène

$0,050\% \leq \text{V} \leq 0,50\%$ ,

$0,040\% \leq \text{Ti} \leq 0,50\%$

$0,070\% \leq \text{Nb} \leq 0,50\%$

$0,070\% \leq \text{Cr} \leq 2\%$

$0,14\% \leq \text{Mo} \leq 2\%$ ,

et à titre optionnel un ou plusieurs éléments choisis parmi

$0,0005\% \leq \text{B} \leq 0,003\%$

$\text{Ni} \leq 1\%$

$\text{Cu} \leq 5\%$ ,

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration,

- on procède à la coulée d'un demi-produit à partir de cet acier

- on porte ledit demi-produit à une température comprise entre 1100 et 1300°C,

- on lamine à chaud ledit demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à 890°C,

- on bobine ladite tôle à une température inférieure à 580°C

- on lamine à froid ladite tôle

- on fait subir à ladite tôle un traitement thermique de recuit, ledit traitement thermique comprenant une phase

de chauffage avec une vitesse de chauffage  $V_c$ , une phase de maintien à une température  $T_m$  pendant un

temps de maintien  $t_m$ , suivie d'une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement  $V_r$ , suivie op-

tionnellement d'une phase de maintien à une température  $T_u$  pendant un temps de maintien  $t_u$ , les paramètres

$V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  étant ajustés pour obtenir la quantité dudit au moins un élément métallique précipité selon

l'une quelconque des revendications 1 à 8

13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  sont ajustés de telle sorte que la taille moyenne desdits précipités de carbures, nitrures ou de carbonitrures après ledit recuit soit comprise entre 5 et 25 nanomètres

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 12 ou 13, **caractérisé en ce que** les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  sont ajustés de telle sorte que la taille moyenne desdits précipités après ledit recuit soit comprise entre 7 et 20 nanomètres

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, **caractérisé en ce que** les paramètres  $V_c$ ,  $T_m$ ,  $t_m$ ,  $V_r$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  sont ajustés de telle sorte qu'au moins 75% de la population desdits précipités après ledit recuit se trouve située en position intragranulaire

16. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid en acier fer-carbone-manganèse selon la revendication 12, **caractérisé en ce qu'**on approvisionne un acier dont la composition chimique comprend  $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$ , qu'on lamine à chaud ledit demi-produit jusqu'à une température de fin de laminage supérieure ou égale à  $950^{\circ}\text{C}$ , qu'on bobine ladite tôle à une température inférieure à  $500^{\circ}\text{C}$ , qu'on lamine à froid ladite tôle avec un taux de réduction supérieur à 30%, qu'on effectue un traitement thermique de recuit avec une vitesse de chauffage  $V_c$  comprise entre 2 et  $10^{\circ}\text{C/s}$ , à une température  $T_m$  comprise entre  $700$  et  $870^{\circ}\text{C}$  pendant un temps compris entre 30 et 180 s, et qu'on refroidit ladite tôle à une vitesse comprise entre 10 et  $50^{\circ}\text{C/s}$
17. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid selon la revendication 16, **caractérisé en ce que** la vitesse de chauffage  $V_c$  est comprise entre 3 et  $7^{\circ}\text{C/s}$
18. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid selon l'une des revendications 16 ou 17, **caractérisé en ce que** la température de maintien  $T_m$  est comprise entre  $720$  et  $850^{\circ}\text{C}$
19. Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 12 à 18, **caractérisé en ce que** la coulée dudit demi-produit est effectuée sous forme de coulée de brames ou de bandes minces entre cylindres d'acier contra-rotatifs
20. Utilisation d'une tôle d'acier austénitique selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 12 à 19, pour la fabrication de pièces de structure, d'éléments de renfort ou encore de pièces extérieures, dans le domaine automobile.

## Claims

1. Iron-carbon-manganese austenitic steel sheet, the chemical composition of which comprises, the contents being expressed by weight:

$$0.45\% \leq C \leq 0.75\%$$

$$15\% \leq \text{Mn} \leq 26\%$$

$$\text{Si} \leq 3\%$$

$$\text{Al} \leq 0.050\%$$

$$\text{S} \leq 0.030\%$$

$$\text{P} \leq 0.080\%$$

$$\text{N} \leq 0.1\%,$$

at least one metal element chosen from vanadium, titanium, niobium, chromium and molybdenum, where

$$0.050\% \leq V \leq 0.50\%$$

$$0.040\% \leq \text{Ti} \leq 0.50\%$$

$$0.070\% \leq \text{Nb} \leq 0.50\%$$

$$0.070\% \leq \text{Cu} \leq 2\%$$

$$0.14\% \leq \text{Mo} \leq 2\%,$$

and, optionally, one or more elements chosen from

$$0.0005\% \leq \text{B} \leq 0.003\%$$

$$\text{Ni} \leq 1\%$$

$$\text{Cu} \leq 5\%,$$

the balance of the composition consisting of iron and inevitable impurities resulting from the smelting, the amounts of said at least one metal element in the form of precipitated carbides, nitrides or carbonitrides being:

$$0.030\% \leq V_p \leq 0.150\%$$

$$0.030\% \text{ Ti}_p \leq 0.130\%$$

$$0.040\% \leq \text{Nb}_p \leq 0.220\%$$

$$0.070\% \leq \text{Cr}_p \leq 0.6\%$$

$$0.14\% \leq \text{Mo}_p \leq 0.44\%.$$

2. Steel sheet according to Claim 1, **characterized in that** the composition of said steel comprises, the content being expressed by weight:

$$0.50\% \leq C \leq 0.70\%.$$

3. Steel sheet according to either of Claims 1 and 2, **characterized in that** the composition of said steel comprises, the content being expressed by weight:

$$17\% \leq \text{Mn} \leq 24\%.$$

4. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the composition of said steel comprises  $0.070\% \leq V \leq 0.40\%$ , the amount of vanadium in the form of precipitated carbides, nitrides or carbonitrides being:

$$0.070\% \leq V_p \leq 0.140\%.$$

5. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 4, **characterized in that** the composition of said steel comprises  $0.060\% \leq \text{Ti} \leq 0.40\%$ , the amount of titanium in the form of precipitated carbides, nitrides or carbonitrides being:

$$0.060\% \leq \text{Ti}_p \leq 0.110\%.$$

6. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 5, **characterized in that** the composition of said steel comprises  $0.090\% \leq \text{Nb} \leq 0.40\%$ , the amount of niobium in the form of precipitated carbides, nitrides or carbonitrides being:

$$0.090\% \leq \text{Nb}_p \leq 0.200\%.$$

7. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 6, **characterized in that** the composition of said steel comprises  $0.20\% \leq \text{Cr} \leq 1.8\%$ , the amount of chromium in the form of precipitated carbides being:

$$0.20\% \leq \text{Cr}_p \leq 0.5\%.$$

8. Steel sheet according to one of Claims 1 to 7, **characterized in that** the composition of said steel comprises  $0.20\% \leq \text{Mo} \leq 1.8\%$ , the amount of molybdenum in the form of precipitated carbides being:

$$0.20\% \leq \text{Mo}_p \leq 0.35\%.$$

9. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 8, **characterized in that** the mean size of said precipitates is between 5 and 25 nanometers.

10. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 9, **characterized in that** the mean size of said precipitates is between 7 and 20 nanometers.

11. Steel sheet according to any one of Claims 1 to 10, **characterized in that** at least 75% of the population of said precipitates lies in an intragranular position.

12. Process for manufacturing a cold-rolled sheet made of iron-carbon-manganese austenitic steel, in which a steel, the chemical composition of which comprises, the contents being expressed by weight:

$$0.45\% \leq C \leq 0.75\%$$

$$15\% \leq \text{Mn} \leq 26\%$$

$$\text{Si} \leq 3\%$$

$$\text{Al} \leq 0.050\%$$

$$\text{S} \leq 0.030\%$$

$$\text{P} \leq 0.080\%$$

$$\text{N} \leq 0.1\%,$$

at least one metal element chosen from vanadium, titanium, niobium, chromium and molybdenum, where

$$0.050\% \leq V \leq 0.50\%$$

$$0.040\% \leq \text{Ti} \leq 0.50\%$$

$$0.070\% \leq \text{Nb} \leq 0.50\%$$

$$0.070\% \leq \text{Cr} \leq 2\%$$

$$0.14\% \leq \text{Mo} \leq 2\%,$$

and, optionally, one or more elements chosen from

$$0.0005\% \leq B \leq 0.003\%$$

$$\text{Ni} \leq 1\%$$

$\text{Cu} \leq 5\%$ ,

the balance of the composition consisting of iron and inevitable impurities resulting from the smelting, is supplied;

- a semifinished product is cast from this steel;
- said semifinished product is heated to a temperature of between 1100 and 1300°C;
- said semifinished product is hot-rolled with an end-of-rolling temperature of 890°C or higher;
- said sheet is coiled at a temperature below 580°C;
- said sheet is cold-rolled; and
- said sheet is subjected to an annealing heat treatment, said heat treatment comprising a heating phase at a heating rate  $V_h$ , a soak phase at a temperature  $T_s$  for a soak time  $t_s$ , followed by a cooling phase at a cooling rate  $V_c$ , optionally followed by a soak phase at a temperature  $T_u$  for a soak time  $t_u$ , the parameters  $V_h$ ,  $T_s$ ,  $t_s$ ,  $V_c$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  being adjusted in order to obtain the amount of said at least one precipitated metal element according to any one of claims 1 to 8.

13. Process according to Claim 12, **characterized in that** the parameters  $V_h$ ,  $T_s$ ,  $t_s$ ,  $V_c$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  are adjusted in such a way that the mean size of said carbide, nitride or carbonitride precipitates after said annealing is between 5 and 25 nanometers.

14. Process according to either of Claims 12 and 13, **characterized in that** the parameters  $V_h$ ,  $T_s$ ,  $t_s$ ,  $V_c$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  are adjusted in such a way that the mean size of said precipitates after said annealing is between 7 and 20 nanometers.

15. Process according to any one of Claims 12 to 14, **characterized in that** the parameters  $V_h$ ,  $T_s$ ,  $t_s$ ,  $V_c$ ,  $T_u$ ,  $t_u$  are adjusted in such a way that at least 75% of the population of said precipitates after said annealing lies in an inter-granular position.

16. Process for manufacturing a cold-rolled iron-carbon-manganese steel sheet according to Claim 12, **characterized in that** a steel whose chemical composition includes  $0.050\% \leq V \leq 0.50\%$  is provided, **in that** said semifinished product is hot-rolled with an end-of-rolling temperature of 950°C or higher, **in that** said sheet is coiled at a temperature below 500°C, **in that** said sheet is cold-rolled with a reduction ratio of greater than 30%, **in that** an annealing heat treatment is carried out with a heating rate  $V_h$  of between 2 and 10°C/s, at a temperature  $T_s$  of between 700 and 870°C for a time of between 30 and 180 s, and **in that** said sheet is cooled at a rate of between 10 and 50°C/s.

17. Process for manufacturing a cold-rolled sheet according to Claim 16, **characterized in that** the heating rate  $V_h$  is between 3 and 7°C/s.

18. Process for manufacturing a cold-rolled sheet according to either of Claims 16 and 17, **characterized in that** the soak temperature  $T_s$  is between 720 and 850°C.

19. Manufacturing process according to any one of Claims 12 to 18, **characterized in that** said semifinished product is cast in the form of slabs or thin strips between counterrotating steel rolls.

20. Use of an austenitic steel sheet according to any one of Claims 1 to 11, or manufactured by a process according to any one of Claims 12 to 19, for the manufacture of structural parts, reinforcing parts or external parts, in the automotive field.

## Patentansprüche

1. Blech aus austenitischem Eisen-Kohlenstoff-Mangan-Stahl, dessen chemische Zusammensetzung folgendes umfaßt, wobei die Gehalte auf das Gewicht bezogen ausgedrückt sind:

$$0,45\% \leq C \leq 0,75\%$$

$$15\% \leq \text{Mn} \leq 26\%$$

$$\text{Si} \leq 3\%$$

$$\text{Al} \leq 0,050\%$$

$$\text{S} \leq 0,030\%$$

$$\text{P} \leq 0,080\%$$

$N \leq 0,1\%$ ,  
 mindestens ein unter Vanadium, Titan, Niob, Chrom und Molybdän ausgewähltes Metallelement:  
 $0,050\% \leq V \leq 0,50\%$   
 $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$   
 $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$   
 $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$   
 $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$ ,  
 und gegebenenfalls ein oder mehrere unter  
 $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$   
 $Ni \leq 1\%$   
 $Cu \leq 5\%$

ausgewählte Elemente, wobei der Rest der Zusammensetzung aus Eisen und unvermeidlichen verhüttungsbeding-  
 ten Verunreinigungen besteht, wobei die Menge des mindestens einen Metallelements in Form von ausgeschiedenen  
 Carbiden, Nitriden oder Carbonitriden:

$0,030\% \leq V_p \leq 0,150\%$   
 $0,030\% Ti_p \leq 0,130\%$   
 $0,040\% \leq Nb_p \leq 0,220\%$   
 $0,070\% \leq Cr_p \leq 0,6\%$   
 $0,14\% \leq Mo_p \leq 0,44\%$

beträgt.

2. Stahlblech nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls folgendes umfaßt, wobei der Gehalt auf das Gewicht bezogen ausgedrückt ist:

$0,50\% \leq C \leq 0,70\%$ .

3. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls folgendes umfaßt, wobei der Gehalt auf das Gewicht bezogen ausgedrückt ist:

$17\% \leq Mn \leq 24\%$ .

4. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls  $0,070\% \leq V \leq 0,40\%$  umfaßt, wobei die Menge an Vanadium in Form von ausgeschiedenen Carbiden, Nitriden oder Carbonitriden  $0,070\% \leq V_p \leq 0,140\%$  beträgt.

5. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls  $0,060\% \leq Ti \leq 0,40\%$  umfaßt, wobei die Menge an Titan in Form von ausgeschiedenen Carbiden, Nitriden oder Carbonitriden  $0,060\% \leq Ti_p \leq 0,110\%$  beträgt.

6. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls  $0,090\% \leq Nb \leq 0,40\%$  umfaßt, wobei die Menge an Niob in Form von ausgeschiedenen Carbiden, Nitriden oder Carbonitriden  $0,090\% \leq Nb_p \leq 0,200\%$  beträgt.

7. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls  $0,20\% \leq Cr \leq 1,8\%$  umfaßt, wobei die Menge an Chrom in Form von ausgeschiedenen Carbiden  $0,20\% \leq Cr_p \leq 0,5\%$  beträgt.

8. Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzung des Stahls

## EP 1 844 173 B1

0,20% ≤ Mo ≤ 1,8% umfaßt, wobei die Menge an Molybdän in Form von ausgeschiedenen Carbiden  
 0,20% ≤ Mo<sub>p</sub> ≤ 0,35%  
 beträgt.

- 5     **9.** Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** die mittlere Größe der Ausscheidungen zwischen 5 und 25 Nanometer liegt.
- 10    **10.** Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** die mittlere Größe der Ausscheidungen zwischen 7 und 20 Nanometer liegt.
- 10    **11.** Stahlblech nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** sich mindestens 75% der Population der Ausscheidungen in intragranularer Position befinden.
- 15    **12.** Verfahren zur Herstellung eines kaltgewalzten Blechs aus austenitischem Eisen-Kohlenstoff-Mangan-Stahl, bei dem man einen Stahl, dessen chemische Zusammensetzung folgendes umfaßt, wobei die Gehalte auf das Gewicht bezogen ausgedrückt sind:
- 20         $0,45\% \leq C \leq 0,75\%$   
            $15\% \leq Mn \leq 26\%$   
            $Sr \leq 3\%$   
            $Al \leq 0,050\%$   
            $S \leq 0,030\%$   
            $P \leq 0,080\%$   
            $N \leq 0,1\%$ , mindestens ein unter Vanadium, Titan, Niob, Chrom und Molybdän ausgewähltes Metallelement:  
            $0,050\% \leq D \leq 0,50\%$   
            $0,040\% \leq Ti \leq 0,50\%$   
            $0,070\% \leq Nb \leq 0,50\%$   
            $0,070\% \leq Cr \leq 2\%$   
            $0,14\% \leq Mo \leq 2\%$ ,  
           und gegebenenfalls ein oder mehrere unter  
            $0,0005\% \leq B \leq 0,003\%$   
            $Ni \leq 1\%$   
            $Cu \leq 5\%$
- 35    ausgewählte Elemente, wobei der Rest der Zusammensetzung aus Eisen und unvermeidlichen verhüttungsbedingten Verunreinigungen besteht, bereitstellt,
- 40        - aus diesem Stahl ein Halbzeug gießt,  
           - das Halbzeug auf eine Temperatur zwischen 1100 und 1300°C bringt,  
           - das Halbzeug bis zu einer Walzendtemperatur größer gleich 890°C warmwalzt,  
           - das Blech bei einer Temperatur unter 580°C aufwickelt,  
           - das Blech kaltwalzt,  
           - das Blech einer Glühwärmebehandlung unterwirft, welche eine Phase des Aufheizens mit einer Aufheizgeschwindigkeit V<sub>c</sub>, eine Phase des Haltens bei einer Temperatur T<sub>m</sub> über eine Haltezeit t<sub>m</sub>, gefolgt von einer Abkühlphase mit einer Abkühlgeschwindigkeit V<sub>r</sub>, gegebenenfalls gefolgt von einer Phase des Haltens bei einer Temperatur T<sub>u</sub> über eine Haltezeit t<sub>u</sub> umfaßt, wobei man die Parameter V<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, t<sub>m</sub>, V<sub>r</sub>, T<sub>u</sub> und t<sub>u</sub> so einstellt, daß man die Menge des mindestens einen ausgeschiedenen Metallelements nach einem der Ansprüche 1 bis 8 erhält.
- 45    **13.** Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Parameter V<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, t<sub>m</sub>, V<sub>r</sub>, T<sub>u</sub> und t<sub>u</sub> so einstellt, daß die mittlere Größe der Carbid-, Nitrid- oder Carbonitrid-Ausscheidungen nach dem Glühen zwischen 5 und 25 Nanometer liegt.
- 50    **14.** Verfahren nach einem der Ansprüche 12 oder 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Parameter V<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, t<sub>m</sub>, V<sub>r</sub>, T<sub>u</sub> und t<sub>u</sub> so einstellt, daß die mittlere Größe der Carbid-, Nitrid- oder Carbonitrid-Ausscheidungen nach dem Glühen zwischen 7 und 20 Nanometer liegt.
- 55    **15.** Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Parameter V<sub>c</sub>, T<sub>m</sub>, t<sub>m</sub>,

$V_r$ ,  $T_u$  und  $t_u$  so einstellt, daß sich mindestens 75% der Population der Ausscheidungen nach dem Glühen in intragranularer Position befinden.

- 5 16. Verfahren zur Herstellung eines kaltgewalzten Blechs aus Eisen-Kohlenstoff-Mangan-Stahl nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** man einen Stahl, dessen chemische Zusammensetzung  $0,050\% \leq 0,50\%$  umfaßt, bereitstellt, das Halbzeug bis zu einer Walzendtemperatur größer gleich  $950^\circ\text{C}$  warmwalzt, das Blech bei einer Temperatur unter  $500^\circ\text{C}$  aufwickelt, das Blech mit einem Reduktionsgrad von mehr als 30% kaltwalzt, eine Glühwärmebehandlung mit einer Aufheizgeschwindigkeit  $V_c$  zwischen 2 und  $10^\circ\text{C/s}$  bei einer Temperatur  $T_m$  zwischen  $700$  und  $870^\circ\text{C}$  über eine Zeit zwischen 30 und 180 s durchführt und das Blech mit einer Geschwindigkeit zwischen 10 und  $50^\circ\text{C/s}$  abkühlt.  
10
17. Verfahren zur Herstellung eines kaltgewalzten Blechs nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Aufheizgeschwindigkeit  $V_c$  zwischen 3 und  $7^\circ\text{C/s}$  liegt.
- 15 18. Verfahren zur Herstellung eines kaltgewalzten Blechs nach einem der Ansprüche 16 oder 17, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Haltetemperatur  $T_m$  zwischen  $720$  und  $850^\circ\text{C}$  liegt.
19. Herstellungsverfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 18, **dadurch gekennzeichnet, daß** man das Gießen des Halbzeugs in Form des Gießens von Brammen oder dünnen Bändern zwischen gegenläufigen Stahlwalzen durchführt.  
20
20. Verwendung eines Blechs aus austenitischem Stahl nach einem der Ansprüche 1 bis 11 oder eines nach einem Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 19 hergestellten Blechs aus austenitischem Stahl zur Herstellung von Konstruktionsteilen, Verstärkungsteilen oder Außenteilen im Automobilbereich.  
25



**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**

- FR 2829775 [0002]