



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
24.06.2009 Bulletin 2009/26

(51) Int Cl.:
C22C 38/40 (2006.01) C22C 38/42 (2006.01)
C22C 38/44 (2006.01) C22C 38/46 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **07291575.4**

(22) Date de dépôt: **20.12.2007**

(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 MT NL PL PT RO SE SI SK TR
Etats d'extension désignés:
AL BA HR MK RS

(71) Demandeur: **UGINE & ALZ FRANCE**
93200 Saint Denis (FR)

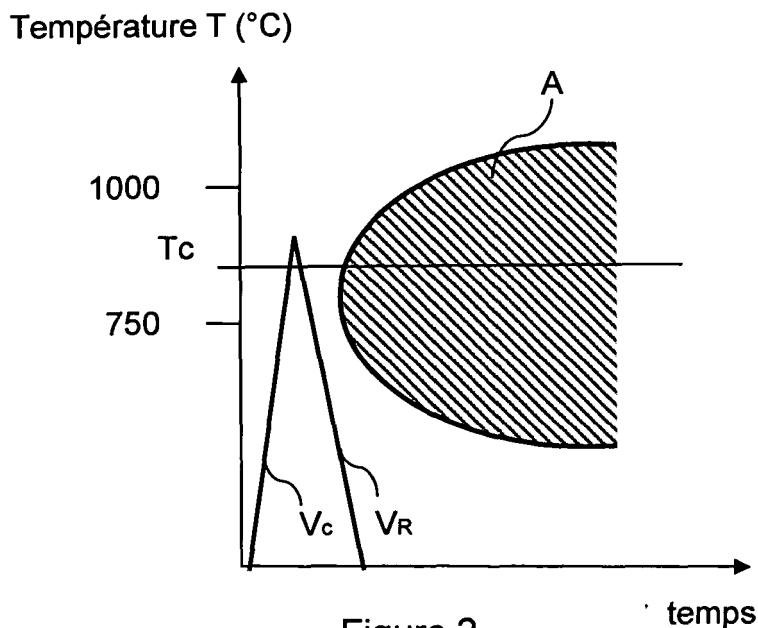
(72) Inventeurs:
• **Frohlich, Thomas**
59840 Premesques (FR)
• **Mithieux, Jean-Denis**
62120 Mametz (FR)

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

(54) **Tôle en acier inoxydable austénitique et procédé d'obtention de cette tôle**

(57) L'invention a pour objet une tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,05\% \leq C \leq 0,30\%$, $0,3\% \leq Si \leq 1\%$, $0,5\% \leq Mn \leq 3\%$, $4\% \leq Ni \leq 10\%$, $15\% \leq Cr \leq 20\%$, $N \leq 0,2\%$, $P \leq 0,05\%$, $S \leq 0,015\%$, optionnellement

$0,1 \leq V \leq 0,5\%$, optionnellement $Mo \leq 3\%$ optionnellement $Cu \leq 0,5\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant essentiellement austénitique, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres.



Description

[0001] L'invention concerne les tôles en acier inoxydable présentant des caractéristiques mécaniques élevées et une bonne résistance à la corrosion afin d'être destinées notamment à la fabrication de pièces pour automobile, telles que des pièces de structure ou des joints de culasses de moteurs.

[0002] Il est précisé, tout d'abord, que les aciers inoxydables considérés ici le sont dans le sens donné à cette expression par la norme ISO 6929, à savoir des aciers contenant au moins 10,5 % en poids de chrome et pas plus de 1,2 % en poids de carbone.

[0003] La demande croissante pour améliorer la sécurité des véhicules, couplée avec celle visant à la réduction des émissions de gaz carbonique, incite les constructeurs automobiles à rechercher des matériaux présentant des caractéristiques mécaniques toujours plus élevées. Parmi les qualités recherchées pour le matériau "acier", on citera notamment la résistance mécanique, la résistance à la corrosion, à la fatigue, les propriétés de déformabilité, de soudabilité. C'est en fonction de la destination d'usage de l'acier, c'est-à-dire de la pièce fonctionnelle en laquelle il va être transformé au final, que certaines de ces caractéristiques mécaniques seront, plus que d'autres, privilégiées par le sidérurgiste. L'objectif de ce dernier est donc désormais de parvenir à adapter l'acier qu'il produit tant au mode de sollicitation auquel sera soumise la pièce finale en service, qu'aux contraintes liées à la fabrication même de cette pièce par transformation d'une ébauche issue de la solidification du métal.

[0004] Concernant les pièces pour moteurs thermiques auxquelles se rapporte plus particulièrement l'invention, on utilise généralement pour leur fabrication des aciers austénitiques. Ce sont des aciers alliés contenant du chrome, du nickel, du manganèse, de l'azote, du carbone et optionnellement du cuivre et du molybdène, en vue de produire une microstructure austénitique, laquelle a l'avantage de présenter une grande maille cristalline pour le fer (cubique face centrée), ce qui permet d'augmenter la solubilité des différents éléments d'alliages dans le fer, le carbone notamment.

[0005] Il se trouve que les aciers inoxydables austénitiques classiques sont caractérisés par des propriétés mécaniques relativement modestes à l'état recuit. En effet, à la différence des aciers martensitiques qui prennent la trempe, ceux-là ne durcissent pas significativement par traitement thermique. Pour atteindre une résistance mécanique suffisante à leur utilisation dans l'industrie automobile, les aciers inoxydables austénitiques peuvent être écrouis par laminage à froid, en raison d'une transformation martensitique induite par la déformation. Selon la réduction d'épaisseur réalisée, différents niveaux de résistance mécanique peuvent être atteints jusqu'à des valeurs très élevées ($R_m=1500\text{MPa}$). Toutefois, l'utilisation de ces produits écrouis pose plusieurs problèmes, d'une part le coût lié à l'opération supplémen-

taire de laminage comparativement à un produit recuit, d'autre part les faibles capacités d'allongement et l'anisotropie planaire. C'est pourquoi des solutions à l'état recuit sont recherchées.

5 Le procédé usuel de fabrication des aciers inoxydables austénitiques est le suivant : après laminage à chaud d'une bande suivi d'un recuit, on effectue un laminage à froid dont le taux dépend des caractéristiques finales visées. L'acier présente alors une bonne résistance mécanique, mais sa ductilité est trop réduite, notamment pour sa mise en forme ultérieure. Pour y pallier, il est soumis à un traitement final de recristallisation sous forme d'un recuit en four, c'est-à-dire un chauffage avec maintien à température le temps nécessaire à la recristallisation complète avant refroidissement contrôlé.

10 L'objectif principal d'un recuit est, rappelons-le, de mettre le métal dans un état structural proche de l'état d'équilibre thermodynamique stable. En bref, on évacue l'énergie interne accumulée lors de l'écrouissage. En fait, un recuit de recristallisation va utiliser ce différentiel d'énergie interne pour favoriser la germination de nouveaux grains métalliques et leur croissance. On comprend que plus l'accroissement d'énergie interne due à l'écrouissage est important, plus il y aura de chance d'avoir de nouveaux germes pendant le recuit, et donc une faible taille de grains finale. Aussi, est-il avantageux de réaliser un fort écrouissage préalablement au recuit.

[0006] La température de recristallisation est également un paramètre important pour contrôler la taille de grains finale puisque la mobilité des joints de grains augmente avec la température. Il est donc recommandé de baisser la température de recuit pour obtenir une structure à grains fins.

[0007] Toutefois, le chauffage classiquement mis en oeuvre lors du recuit de recristallisation est également une hypertrempe, c'est-à-dire qu'il faut dépasser le solvus des carbures de chrome pour mettre en solution tout le carbone dans l'austénite. L'objectif de cette étape est d'éviter tout risque de corrosion localisée causée par les zones déchromées autour des carbures de chrome. La température de mise en solution des carbures de chrome constitue donc une limite à la diminution de la température de recuit pour affiner la microstructure. Cette limite dépend de la composition chimique et principalement de la teneur en carbone.

[0008] Un équilibre a été trouvé dans l'art antérieur en utilisant des aciers présentant des faibles teneurs en carbone, ce qui permet de baisser le solvus des carbures de chrome et de retarder la cinétique de précipitation. Comme on peut le voir sur la figure 1, avec une vitesse de chauffage d'environ 20°C/s , représentée par la courbe V_c , et une teneur en carbone inférieure à 0,05 %, la température de recristallisation totale T_c est atteinte sans entrer dans le domaine A_1 de précipitation des carbures de chrome, relatif à ces aciers à teneur en C inférieure à 0,05%C.

[0009] La résistance mécanique de l'acier peut encore être améliorée par écrouissage après ce traitement ther-

mique. Toutefois, afin de mieux répondre aux demandes de l'industrie automobile, il faudrait de nos jours pouvoir encore améliorer la résistance mécanique de tels aciers au-delà des limites imposées par les voies classiquement utilisées. C'est la raison pour laquelle, il a été tenté d'augmenter la teneur en carbone. Mais à ce jour, à la connaissance du Demandeur, tous les essais d'affinement de la taille de grains se sont soldés par des échecs, se traduisant par une forte précipitation de carbures de chrome causée par la baisse de la température de recuit. L'invention a pour but d'apporter une réponse à ce problème non encore résolu grâce à un acier à microstructure essentiellement austénitique très fine, dont la teneur en carbone significativement augmentée par rapport à la pratique de l'art antérieur, permet d'obtenir une résistance mécanique accrue conjointement avec une très bonne résistance à la corrosion.

A cet effet, l'invention a pour objet une tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,05\% \leq C \leq 0,30\%$, $0,3\% \leq Si \leq 1\%$, $0,5\% \leq Mn \leq 3\%$, $4\% \leq Ni \leq 10\%$, $15\% \leq Cr \leq 20\%$, $N \leq 0,2\%$, $P \leq 0,05\%$, $S \leq 0,015\%$, optionnellement $0,1 \leq V \leq 0,5\%$, optionnellement $Mo \leq 3\%$, optionnellement $Cu \leq 0,5\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant essentiellement austénitique, c'est-à-dire comportant plus de 50% en volume d'austénite, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres.

La composition comprend préférentiellement, les teneurs étant exprimées en poids : $0,09\% \leq C \leq 0,30\%$. Préférentiellement encore, la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $16\% \leq Cr \leq 18\%$.

Selon un mode préféré, la tôle d'acier ne contient pas de carbures de chrome précipités.

Préférentiellement, la tôle d'acier contient des carbures de chrome précipités majoritairement aux joints de grains austénitiques.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :

- on approvisionne un acier selon l'une des compositions ci dessus, puis
- on coule l'acier sous forme de brame, puis
- on lamine à chaud la brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
- on recuit la tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C, puis
- on décape la tôle laminée à chaud, puis
- on lamine à froid la tôle laminée à chaud, avec un taux de réduction supérieur à 40 %, puis
- on effectue un traitement thermique sur la tôle laminée à froid.

[0010] Selon une première variante, ledit traitement thermique est un recuit de recristallisation totale comprenant une phase de chauffage rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800 °C/s jusqu'à une température

comprise entre T_C et $T_C + 50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, suivie d'un refroidissement à une vitesse V_R supérieure à 50°C/s.

Préférentiellement le chauffage rapide se fait jusqu'à une température comprise entre 800 et 900°C.

Selon une seconde variante, le traitement thermique est un recuit de recristallisation partielle comprenant une phase de chauffage rapide à une vitesse comprise V_C entre 50 et 800 °C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C - 50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, suivie d'un refroidissement à une vitesse V_R supérieure à 50°C/s.

Préférentiellement le chauffage rapide se fait jusqu'à une température comprise entre 700 et 800°C.

[0011] Ces deux premières variantes reposent sur le fait que la fraction recristallisée souhaitée est atteinte avant le début de précipitation des carbures de chrome. Selon une troisième variante de réalisation de l'invention, le traitement thermique comprend en outre une phase de déstabilisation de la structure, cette phase consistant à refroidir la tôle à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température d'environ 750 °C et l'y maintenir durant une durée de maintien compris entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome.

[0012] Selon une mise en oeuvre préférée de l'invention, une fois le traitement thermique achevé, on fait subir à la tôle refroidie une opération de déformation à froid apte à générer l'apparition de martensite.

[0013] Le chauffage rapide est réalisé préférentiellement par induction électromagnétique.

[0014] Selon la variante mise en oeuvre et la composition, notamment la teneur en carbone, la résistance peut varier entre 1000 et 1600 MPa environ.

[0015] L'invention a encore pour objet une installation pour la mise en oeuvre d'un recuit de recristallisation comprenant un dispositif de chauffage par induction électromagnétique pour chauffer rapidement la tôle durant la phase de chauffage lors de la mise en oeuvre du procédé défini ci-dessus.

[0016] L'invention sera bien comprise et d'autres aspects et avantages apparaîtront plus clairement à la lecture de la description détaillée qui suit d'un exemple de réalisation donné en référence aux figures annexées, dans lesquelles :

La figure 1 est un diagramme représentant le chauffage d'un acier austénitique à teneur en carbone inférieure à 0,05% (dont le domaine A_1 de précipitation des carbures de chrome a été représenté) ou à teneur en carbone plus élevée (domaine de précipitation A_2) lors d'un recuit de recristallisation avec une vitesse de chauffage V_C selon l'art antérieur.

La figure 2 est un diagramme similaire illustrant un mode de réalisation de l'invention avec un recuit de recristallisation totale. Le domaine A de précipitation des carbures de chrome a été également figuré ainsi que la température de recristallisation totale T_C .

La figure 3 est un diagramme similaire illustrant un

mode de réalisation selon l'invention avec un recuit de recristallisation totale suivi d'une déstabilisation de la structure.

[0017] Comme on l'aura sans doute déjà compris, l'invention consiste pour l'essentiel en une nouvelle tôle d'acier inoxydable austénitique à grains très fins, présentant une teneur en carbone significative, supérieure à 0,05 ou 0,09%, ainsi qu'en un nouveau procédé d'obtention d'une tôle à partir de cet acier qui compense les effets non souhaités de cette augmentation de la teneur en carbone par un recuit à chauffage très rapide permettant d'atteindre rapidement la température de recristallisation.

[0018] Comme on l'a vu précédemment le problème principal soulevé par le recuit de recristallisation d'un acier inoxydable austénitique est de pouvoir procéder à la recristallisation sans qu'advienne la précipitation des carbures de chrome. D'une part, ces carbures sont néfastes à la tenue à la corrosion de l'acier, mais ils empêchent d'autre part la recristallisation de démarrer. Or, comme on peut le voir sur la figure 1, lorsqu'on augmente la teneur en carbone, le nez de la zone de précipitation de ces carbures va se décaler vers la gauche : le domaine A₁ est relatif à des aciers à des aciers à moins de 0,05%C, le domaine A₂ à des aciers à teneur en carbone plus élevée. Les carbures se formeront plus facilement et donc plus vite. Une solution consisterait à chauffer l'acier à des températures allant au-delà de cette zone et à l'y maintenir jusqu'à ce que les carbures se remettent en solution. Malheureusement, les températures à atteindre pour y parvenir sont telles que le temps écoulé et la mobilité des joints de grains ne permettent plus alors d'obtenir un grain fin.

[0019] Ainsi, lorsqu'il augmente la teneur en carbone de l'acier en vue d'en augmenter la résistance mécanique, l'homme du métier se trouve donc à devoir choisir entre une bonne résistance à la corrosion ou une bonne résistance à la fatigue, par l'intermédiaire d'un grain fin et d'une haute résistance mécanique, alors qu'il souhaite bien légitimement obtenir les deux.

[0020] D'une manière surprenante, les présents inventeurs ont découvert qu'il était possible d'obtenir une recristallisation ou une hypertrempe homogène et complète de l'acier avant que les carbures de chrome ne précipitent, et ce pour des teneurs en carbone allant jusqu'à 0,3 %, voire même un peu au delà. Ceci a pu être obtenu en augmentant la vitesse de chauffage au delà de 50°C/s, bien que la température de recristallisation totale T_C augmente avec ladite vitesse de chauffage, ce qui augmente le risque d'atteindre la zone de précipitation de carbures. Pour fixer les idées, avec des vitesses de chauffage conventionnelles en four de l'ordre de 20°C/s, les teneurs en carbone maximales admissibles pour obtenir une recristallisation et éviter une précipitation des carbures se situeraient autour de 0,07 à 0,08 % en moyenne. Un maximum de 0,15 %C même aurait parfois pu être atteint par certaines nuances.

[0021] Pour obtenir une tôle en acier selon l'invention, il faut d'abord élaborer, puis couler sous forme d'une brame, un acier inoxydable de composition telle que définie ci-dessous, qui comprend :

- du carbone à une teneur comprise entre 0,05 et 0,30 % en poids. Si la teneur en C est inférieure à 0,05%, la résistance mécanique est insuffisante. Une teneur en carbone supérieure ou égale à 0,09% se prête particulièrement bien au procédé décrit selon la figure 3. En revanche si la teneur est supérieure à 0,30 %, les efforts de laminage à froid sont considérablement augmentés ce qui réduit la gamme dimensionnelle accessible.
- du silicium à une teneur comprise entre 0,3 et 1 % en poids. Le silicium est utilisé à titre de désoxydant de l'acier liquide. En outre, il participe au durcissement en solution solide et diminue l'énergie de faute d'empilement qui contrôle en partie la transformation martensitique induite par la déformation. On limite sa teneur à 1 % en poids car il a tendance à perturber le procédé de fabrication de la tôle d'acier en posant des problèmes de ségrégation pendant la coulée en brame d'acier;
- du manganèse à une teneur comprise entre 0,5 et 3%. Le manganèse favorise la formation d'austénite et augmente la solubilité de l'azote dans l'austénite. Pour une teneur inférieure à 0,5%, le manganèse ne peut plus piéger le soufre sous forme de MnS et la forgeabilité à chaud se dégrade, causant des défauts de surface sur les bandes laminées à chaud. Au delà de 3%, ces effets sont saturés.
- du chrome à une teneur comprise entre 15 et 20 %. Le chrome favorise la formation de martensite de déformation, et est un élément essentiel pour conférer à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Si la teneur en chrome est inférieure à 15 %, la résistance à la corrosion sera insuffisante; si la teneur en chrome dépasse 20%, la fraction de ferrite pendant le laminage à chaud devient trop importante et peut conduire à la formation de criques de rives. Ces différents effets sont obtenus de façon stable dans une gamme préférentielle de 16 à 18% de chrome.
- du nickel à une teneur comprise entre 4 et 10 %. Le nickel stabilise l'austénite et favorise la re-passivation de l'acier. Il s'agit de la formation à la surface de l'acier d'un film protecteur très mince et de faible perméabilité ionique. Si la teneur en nickel est inférieure à 5 %, la résistance à la corrosion de l'acier est insuffisante. Si la teneur en nickel est supérieure à 10 %, l'austénite se sur-stabilise. On ne forme alors plus suffisamment de martensite de déformation et les caractéristiques de l'acier sont insuffisantes;
- de l'azote à une teneur inférieure ou égale à 0,2 %. En plus de son action en faveur de la formation d'austénite, l'azote retarde la précipitation des carbures de chrome. Au delà de 0,2 %, il risque de détériorer la ductilité à chaud de l'acier;

- du phosphore à une teneur inférieure ou égale à 0,05 %. Le phosphore est un élément ségrégeant aisément. Il favorise le durcissement en solution solide de l'acier, cependant sa teneur doit être limitée à 0,05 % car il augmente la fragilité de l'acier et diminue son aptitude au soudage;
- du soufre à une teneur inférieure ou égale à 0,015 %. Le soufre est également un élément qui ségrège, dont la teneur doit être limitée afin d'éviter les fissures lors du laminage à chaud.

[0022] En outre, la composition peut inclure optionnellement:

- du vanadium à une teneur comprise entre 0,1 et 0,5 %. Le vanadium favorise la soudabilité de l'acier et freine la croissance des grains d'austénite dans la zone affectée par la chaleur. Au delà de 0,5 %, le vanadium ne contribue pas à l'amélioration de la soudabilité, et en dessous de 0,1 %, la soudabilité de l'acier n'est pas améliorée.
- du cuivre à une teneur inférieure ou égale à 0,5 %. Le cuivre favorise la formation d'austénite et contribue à la résistance contre la corrosion. Cependant, au delà d'une teneur de 0,5 %, l'austénite devient trop stable à température ambiante et la transformation martensitique par déformation est inhibée..
- du molybdène à une teneur inférieure ou égale à 3 %. Le molybdène favorise la formation de martensite de déformation et augmente la résistance à la corrosion, surtout s'il est combiné avec l'azote. Au delà de 3 %, la résistance à la corrosion de l'acier n'est plus améliorée et le durcissement à haute température rend le laminage à chaud trop difficile.

[0023] Le reste de la composition est constitué de fer et d'autres éléments que l'on s'attend habituellement à trouver en tant qu'impuretés résultant de l'élaboration de l'acier inoxydable, ce dans des proportions qui n'influent pas sur les propriétés recherchées.

[0024] Une fois la brame coulée, elle est laminée à chaud dans un train à bandes pour former une tôle laminée à chaud. Celle-ci est recuite à une température supérieure à 1000°C dans le but de permettre le laminage ultérieur à froid. La tôle est ensuite décapée par un procédé connu en lui-même.

[0025] La tôle laminée à chaud est ensuite laminée à froid à température ambiante à un taux de réduction supérieur à 40 %.

[0026] Ce laminage va générer de nombreuses dislocations au sein de l'acier. Il va même se former de la martensite (appelée martensite de déformation) qui se présente sous forme de lattes. Ces évolutions microstructurales vont augmenter l'énergie interne de l'acier. L'augmentation de la température durant le traitement thermique qui va suivre, va permettre de ramener le métal vers l'équilibre thermodynamique.

[0027] Lorsque l'écrouissage est suffisant, la force de

retour vers l'équilibre va permettre la germination de nouveaux grains et leur croissance. Ainsi, plus l'écrouissage préalable aura été important, plus on obtiendra un grain fin. C'est pourquoi un taux de réduction inférieur à 40 % est insuffisant pour conférer à l'acier inoxydable selon l'invention les caractéristiques requises.

[0028] Enfin, la tôle laminée à froid subit un traitement thermique de manière à conférer à l'acier inoxydable une structure recristallisée totalement ou partiellement.

10 Le traitement thermique selon l'invention consiste à faire subir à la tôle d'acier laminée à froid un recuit de recristallisation comprenant, dans un premier temps, une phase de chauffage rapide, à une vitesse comprise entre 50 et 800 °C/s afin d'atteindre une température comprise entre T_C et $T_C + 50^\circ\text{C}$. On effectuera préférentiellement le chauffage rapide entre 800 et 900°C.

[0029] Cette température doit être atteinte en effet avant que ne débute la précipitation des carbures de chrome. Après refroidissement dans les conditions selon l'invention, on obtient un grain austénitique ultra-fin, de 20 taille moyenne inférieure à 2 micromètres.

[0030] En effet, l'obtention d'un grain fin ne dépend pas uniquement du taux d'écrouissage préalable, mais aussi des conditions de recuit (température et temps de 25 maintien). On notera que plus la teneur en carbone de l'acier est importante, plus la vitesse de chauffage doit être élevée. Ainsi, pour une teneur en carbone de 0,05 % on peut se contenter d'une vitesse de chauffage de l'ordre de 50 °C/s, mais il faut atteindre les 200 °C/s lorsque la teneur en carbone se situe autour de 0,2 %. Pour 30 une teneur en carbone de l'ordre de 0,09-0,1 %, la vitesse de chauffage devra atteindre 100°C/s environ.

[0031] Selon l'invention, une telle vitesse de chauffage est atteinte par l'emploi d'un dispositif de chauffage par 35 induction électromagnétique. Une mise en oeuvre adéquate d'un tel dispositif, notamment par le choix de la fréquence du courant électrique d'excitation, permet d'obtenir rapidement des températures si élevées qu'il n'est même plus nécessaire de prévoir une phase de 40 maintien d'homogénéisation comme on peut le voir sur la figure 2.

[0032] Puisque la température de recristallisation est atteinte plus rapidement qu'auparavant, un avantage du procédé selon l'invention est qu'il y a moins de perte d'énergie interne durant la phase de chauffage. Il devient 45 dès lors possible d'obtenir une même finesse de grain pour un taux d'écrouissage moins fort que par le passé.

[0033] L'acier est ensuite refroidi jusqu'à l'ambiante à une vitesse de refroidissement V_R supérieure à 50°C/s.

50 On obtient de la sorte une microstructure fine, sans carbures de chrome précipités au refroidissement.

[0034] Bien que l'augmentation de la teneur en carbone permette déjà en soi d'obtenir des caractéristiques de résistance élevées, il est possible encore de les améliorer.

55 **[0035]** Par exemple, il est possible de n'effectuer qu'une recristallisation partielle de l'acier en chauffant seulement la tôle jusqu'à une température comprise en-

tre T_C et $T_C - 50^\circ\text{C}$. On chauffera préférentiellement la tôle à une température comprise entre 700 et 800°C . On refroidira ensuite celle-ci jusqu'à l'ambiante à une vitesse V_R supérieure à 50°C/s . Dans ce cas, la martensite ne disparaît pas totalement au profit de l'austénite. On la retrouve donc sous forme d'îlots martensitiques répartis de façon homogène dans l'acier. Cette présentation sous forme d'îlots permet de ne pas trop nuire à l'allongement à la rupture et à la formabilité de l'acier. De préférence, l'acier ne doit pas présenter toutefois plus de 1% en volume de martensite. Au delà de cette limite, les propriétés d'allongement à la rupture (A%) de l'acier pourraient s'en trouver détériorées.

La taille moyenne des grains austénitiques est alors inférieure à 2 micromètres sans carbures de chrome précipités au refroidissement.

[0036] Un autre mode de réalisation présenté à la figure 3 consiste à refroidir la tôle par étapes. Un premier refroidissement est effectué à une vitesse supérieure à 50°C/s , de façon à se placer au voisinage du nez de précipitation en conditions isothermes. Ce premier refroidissement est effectué, par exemple, jusqu'à la température d'environ 750°C , où l'on effectue un maintien d'une durée comprise entre 1 et 100 secondes. Puis, la tôle est refroidie jusqu'à la température ambiante. De la sorte, les carbures de chrome vont précipiter majoritairement, c'est à dire pour plus de 90% d'entre eux, au niveau des joints de grains austénitiques. Cette précipitation après austénitisation va déstabiliser la structure et accroître les caractéristiques mécaniques finales de l'acier. En effet, les carbures de chrome précipitant majoritairement aux joints des grains austénitiques, et ces derniers étant très fins, on risque moins à ce niveau de détériorer la résistance à la corrosion intergranulaire.

[0037] Enfin, il est également possible de faire subir à la tôle une déformation à froid supplémentaire, en particulier par laminage, après le traitement de recristallisation. Cette déformation plastique finale va permettre de transformer une partie de l'austénite en martensite de déformation et d'augmenter encore la résistance mécanique.

[0038] L'invention sera particulièrement mise à profit pour la fabrication de joints de culasses de moteurs, qui requièrent une limite d'élasticité élevée et une bonne résistance à la fatigue et à la corrosion.

[0039] Il va de soi que l'invention ne saurait se limiter aux exemples explicités dans le présent mémoire, mais qu'elle s'étend à de multiples variantes ou équivalents dans la mesure où est respectée sa définition donnée dans les revendications jointes.

Revendications

1. - Tôle en acier inoxydable dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,05\% \leq C \leq 0,30\%$$

$$\begin{aligned} 0,3\% &\leq Si \leq 1\% \\ 0,5\% &\leq Mn \leq 3\% \\ 4\% &\leq Ni \leq 10\% \\ 15\% &\leq Cr \leq 20\% \\ N &\leq 0,2\% \\ P &\leq 0,05\% \\ S &\leq 0,015\% \\ \text{optionnellement } 0,1 &\leq V \leq 0,5\% \\ \text{optionnellement } Mo &\leq 3\% \\ \text{optionnellement } Cu &\leq 0,5\% \end{aligned}$$

le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure dudit acier étant essentiellement austénitique, la taille moyenne des grains d'austénite étant inférieure à 2 micromètres

2. - Tôle en acier selon la revendication 1, **caractérisée en ce que** sa composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids
 $0,09\% \leq C \leq 0,30\%$
3. - Tôle en acier selon la revendication 1 ou 2, **caractérisée en ce que** sa composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids
 $16\% \leq Cr \leq 18\%$
4. - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisée en ce qu'elle** ne contient pas de carbures de chrome précipités
5. - Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisée en ce qu'elle** contient des carbures de chrome précipités majoritairement aux joints de grains austénitiques
6. - Procédé de fabrication d'une tôle en acier inoxydable, selon lequel :
 - on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, puis
 - on coule l'acier sous forme de brame, puis
 - on lamine à chaud ladite brame pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis
 - on recuit ladite tôle laminée à chaud à une température supérieure à 1000°C , puis
 - on décape ladite tôle laminée à chaud, puis
 - on lamine à froid ladite tôle laminée à chaud, à un taux de réduction supérieur à 40% , puis
 - on effectue un traitement thermique sur ladite tôle laminée à froid.
7. - Procédé selon la revendication 6 **caractérisé en ce que** ledit traitement thermique est un recuit de recristallisation totale comprenant une phase de chauffage rapide, à une vitesse V_C comprise entre 50 et 800°C/s jusqu'à une température comprise

entre T_C et $T_C+50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, suivie d'un refroidissement à une vitesse V_R supérieure à 50°C/s .

8. - Procédé selon la revendication 7 **caractérisé en ce que** ledit chauffage rapide se fait jusqu'à une température comprise entre 800 et 900°C . 5
9. - Procédé selon la revendication 6 **caractérisé en ce que** ledit traitement thermique est un recuit de recristallisation partielle comprenant une phase de chauffage rapide à une vitesse comprise entre 50 et 800°C/s jusqu'à une température comprise entre T_C et $T_C-50^\circ\text{C}$, T_C désignant la température de recristallisation totale, suivie d'un refroidissement à une vitesse V_R supérieure à 50°C/s 10
15
10. - Procédé selon la revendication 9 **caractérisé en ce que** ledit chauffage rapide se fait jusqu'à une température comprise entre 700 et 800°C . 20
11. - Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 10 **caractérisé en ce que** ledit traitement thermique contient en outre une phase de déstabilisation de la structure avant ledit refroidissement, cette phase consistant à refroidir la tôle à une vitesse supérieure à 50°C/s jusqu'à une température d'environ 750°C et l'y maintenir durant une durée comprise entre 1 et 100s afin d'obtenir une précipitation de carbures de chrome. 25
30
12. - Procédé selon l'une quelconque des revendications 6 à 11 **caractérisé en ce qu'une fois** ledit traitement thermique achevé, on fait subir à ladite tôle refroidie une opération de déformation à froid apte à générer l'apparition de martensite au sein de la structure de l'acier. 35
13. - Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 12 **caractérisé en ce que** ledit chauffage rapide est réalisé par induction électromagnétique 40
14. - Installation pour un recuit de recristallisation de tôle en acier inoxydable austénitique selon l'une quelconque des revendications 6 à 11 **caractérisée en ce qu'elle** comprend un dispositif de chauffage rapide par induction électromagnétique pour chauffer ladite tôle durant ladite phase de chauffage. 45
15. - Tôle en acier inoxydable issue du procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 6 à 13. 50
16. - Pièce mécanique en acier inoxydable obtenue à partir d'une tôle selon la revendication 15 55
17. - Utilisation d'une tôle selon la revendication 15 pour la fabrication de pièces de structure pour automobi-

les.

18. - Utilisation d'une tôle selon la revendication 15 pour la fabrication de joints de culasses de moteurs

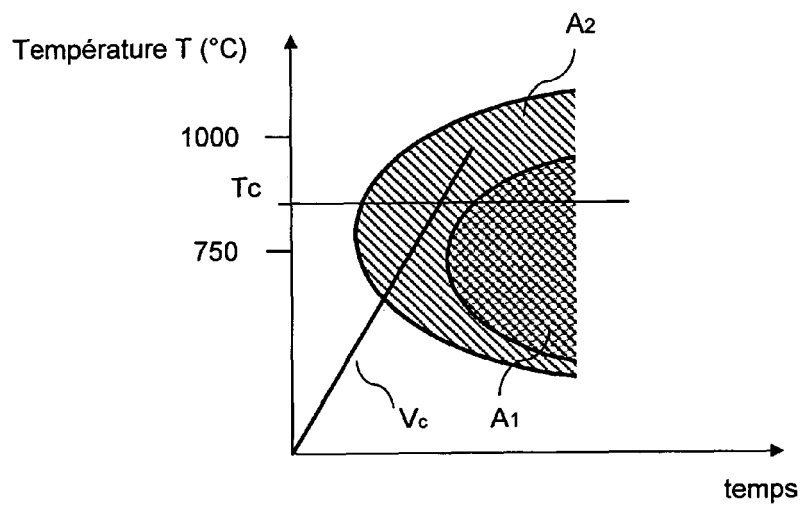


Figure 1

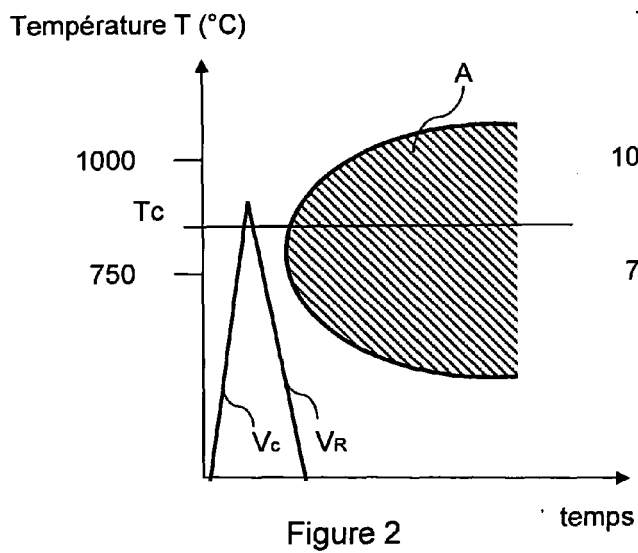


Figure 2

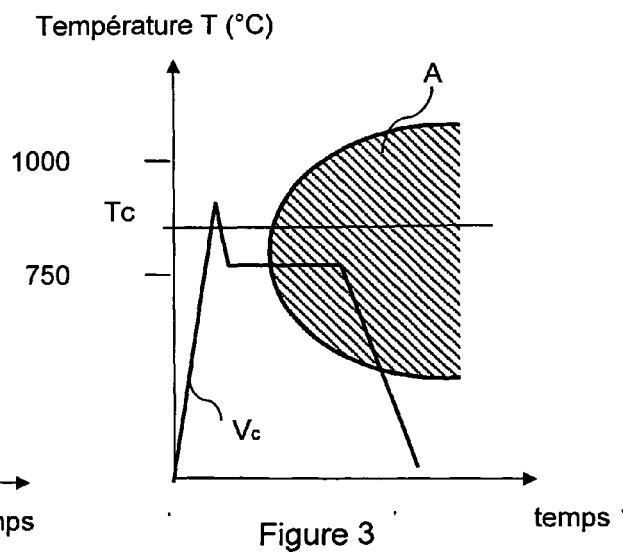


Figure 3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 07 29 1575

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	FR 2 864 108 A (UGINE ET ALZ FRANCE [FR]) 24 juin 2005 (2005-06-24) * revendications 1-11; tableaux 1,2 *	1-4, 6-10, 12-18	INV. C22C38/40 C22C38/42 C22C38/44 C22C38/46
A	----- EP 1 739 200 A (UGINE & ALZ FRANCE [FR]) 3 janvier 2007 (2007-01-03) * revendications 1-15; tableaux 1,2 *	5,11	
X	----- SINGH ET AL: "The importance of grain size relative to grain boundary character on the sensitization of metastable austenitic stainless steel" SCRIPTA MATERIALIA, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 57, no. 3, 22 mai 2007 (2007-05-22), pages 185-188, XP022089751 ISSN: 1359-6462 * abrégé; figures 1-3 * * page 186 - page 187 *	1-4, 6-10, 12-18	
A	----- GB 1 057 168 A (ATOMIC ENERGY AUTHORITY UK) 1 février 1967 (1967-02-01) * page 2; revendications 1-14; tableau II *	5,11	
X	* revendication 7; exemple 5 * ----- -/--	1-5	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) C22C
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 16 mai 2008	Examineur Catana, Cosmin
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant	

2
EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 07 29 1575

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	WASNIK D N ET AL: "RESISTANCE TO SENSITIZATION AND INTERGRANULAR CORROSION THROUGH EXTREME RANDOMIZATION OF GRAIN BOUNDARIES" ACTA MATERIALIA, ELSEVIER, OXFORD, GB, vol. 50, no. 18, 28 octobre 2002 (2002-10-28), pages 4587-4601, XP002394274 ISSN: 1359-6454 * alinéas [02.1], [0005] * * abrégé *	5	
A	-----	1-4,6-18	
X	GB 473 331 A (UNITED STATES STEEL CORP) 6 octobre 1937 (1937-10-06) * figures 4,5 *	5	
A	-----	1-4,6-18	
A	JP 05 117813 A (NISSHIN STEEL CO LTD; TOYOTA MOTOR CORP) 14 mai 1993 (1993-05-14) * abrégé; figures 1-3; tableaux 1,2 *	1-4, 6-10, 12-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	EP 1 156 125 A (NISSHIN STEEL CO LTD [JP]) 21 novembre 2001 (2001-11-21) * revendications 1-3; figures 1-10 *	1-18	
A	US 5 817 193 A (PALUMBO GINO [CA]) 6 octobre 1998 (1998-10-06) * abrégé; revendications 1-13 *	1-18	
A	US 3 152 934 A (LULA REMUS A ET AL) 13 octobre 1964 (1964-10-13) * revendications 1-8 *	1-18	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 16 mai 2008	Examineur Catana, Cosmin
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2
EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**REVENDEICATIONS DONNANT LIEU AU PAIEMENT DE TAXES**

La présente demande de brevet européen comportait lors de son dépôt plus de dix revendications

- ☐ Une partie seulement des taxes de revendication ayant été acquittée dans les délais prescrits, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les dix premières revendications ainsi que pour celles pour lesquelles les taxes de revendication ont été acquittées, à savoir les revendication(s):
- ☐ Aucune taxe de revendication n'ayant été acquittée dans les délais prescrits, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les dix premières revendications.

ABSENCE D'UNITE D'INVENTION

La division de la recherche estime que la présente demande de brevet européen ne satisfait pas à l'exigence relative à l'unité d'invention et concerne plusieurs inventions ou pluralités d'inventions, à savoir:

voir feuille supplémentaire B

- ☒ Toutes les nouvelles taxes de recherche ayant été acquittées dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour toutes les revendications.
- ☐ Comme toutes les recherches portant sur les revendications qui s'y prêtaient ont pu être effectuées sans effort particulier justifiant une taxe additionnelle, la division de la recherche n'a sollicité le paiement d'aucune taxe de cette nature.
- ☐ Une partie seulement des nouvelles taxes de recherche ayant été acquittée dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les parties qui se rapportent aux inventions pour lesquelles les taxes de recherche ont été acquittées, à savoir les revendications:
- ☐ Aucune nouvelle taxe de recherche n'ayant été acquittée dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les parties de la demande de brevet européen qui se rapportent à l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications, à savoir les revendications:
- ☐ Le présent rapport supplémentaire de recherche européenne a été établi pour les parties de la demande de brevet européen qui se rapportent à l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications (Règle 164 (1) CBE)



Office européen
des brevets

ABSENCE D'UNITÉ D'INVENTION
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE B

Numéro de la demande

EP 07 29 1575

La division de la recherche estime que la présente demande de brevet européen ne satisfait pas à l'exigence relative à l'unité d'invention et concerne plusieurs inventions ou pluralités d'inventions, à savoir :

1. revendications: 1-4,6-10,12-18

Tôle en acier inoxydable austénitique (série 304) avec la
taille moyenne des grains <2micrometres sans carbures de
chrome précipités; production rev. 7-10 (figure 2)

2. revendications: 1-3,5-18

Tôle en acier inoxydable austénitique (série 304) avec la
taille moyenne des grains <2micrometres avec carbures de
chrome précipités; production rev. 11 (figure 3)

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

EP 07 29 1575

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.

16-05-2008

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2864108	A	24-06-2005	AUCUN	
EP 1739200	A	03-01-2007	WO 2007003725 A1	11-01-2007
GB 1057168	A	01-02-1967	AUCUN	
GB 473331	A	06-10-1937	AUCUN	
JP 5117813	A	14-05-1993	AUCUN	
EP 1156125	A	21-11-2001	CN 1327078 A	19-12-2001
			DE 60122618 T2	27-09-2007
			ES 2270918 T3	16-04-2007
			JP 3691341 B2	07-09-2005
			JP 2001323342 A	22-11-2001
			SG 108254 A1	28-01-2005
			TW 500811 B	01-09-2002
			US 2002015655 A1	07-02-2002
US 5817193	A	06-10-1998	AT 166111 T	15-05-1998
			CA 2151500 A1	07-07-1994
			WO 9414986 A1	07-07-1994
			DE 69318574 D1	18-06-1998
			DE 69318574 T2	07-01-1999
			EP 0674721 A1	04-10-1995
			JP 2983289 B2	29-11-1999
			JP 8507104 T	30-07-1996
US 3152934	A	13-10-1964	AUCUN	

EPO FORM P0460

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