

(19)



(11)

EP 2 123 786 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

25.11.2009 Bulletin 2009/48

(51) Int Cl.:

C22C 38/04 (2006.01)

C21D 8/02 (2006.01)

C23C 2/06 (2006.01)

C23C 2/02 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **08290474.9**

(22) Date de dépôt: **21.05.2008**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT
RO SE SI SK TR**

Etats d'extension désignés:

AL BA MK RS

(71) Demandeur: **ArcelorMittal France**

93200 Saint Denis (FR)

(72) Inventeurs:

• **Vinci, Catherine**

57245 Jury (FR)

• **Restrepo Garces, Gloria**

57950 Montigny let Metz (FR)

• **Moulin, Antoine**

57140 Woippy (FR)

• **Waterschoot, Tom**

9160 Lokeren (BE)

• **Goune, Mohamed**

54700 Pont à Mousson (FR)

(74) Mandataire: **Plaisant, Sophie Marie**

ARCELOR France

Arcelor Research Intellectual Property

5 Rue Luigi Cherubini

93212 La Plaine Saint-Denis Cedex (FR)

(54) **Procédé de fabrication de tôles d'aciers dual phase laminées à froid à très haute résistance et tôles ainsi produites**

(57) L'invention concerne une Tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et recuite de résistance comprise entre 980 et 1100MPa, d'allongement à rupture supérieur à 9 %, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,055\% \leq C \leq 0,095\%$, $2\% \leq Mn \leq 2,6\%$, $0,005\% \leq Si \leq 0,35\%$, $S \leq 0,005\%$, $P \leq 0,050\%$, $0,1 \leq Al \leq 0,3\%$, $0,05\% \leq Mo \leq 0,25\%$, $0,2\% \leq Cr \leq 0,5\%$, étant enten-

du que $Cr+2Mo \leq 0,6\%$, $Ni \leq 0,1\%$, $0,010 \leq Nb \leq 0,040\%$, $0,010 \leq Ti \leq 0,050\%$, $0,0005 \leq B \leq 0,0025\%$, $0,002\% \leq N \leq 0,007\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

EP 2 123 786 A1

Description

[0001] L'invention concerne la fabrication de tôles laminées à froid et recuites d'aciers dits « dual-phase » présentant une très haute résistance et une aptitude à la déformation pour la fabrication de pièces par mise en forme, en particulier dans l'industrie automobile.

Les aciers dual-phase, dont la structure comprend de la martensite, éventuellement de la bainite, au sein d'une matrice ferritique, ont connu un grand développement car ils allient une résistance élevée à des possibilités importantes de déformation. A l'état de livraison, leur limite d'élasticité est relativement basse comparée à leur résistance à la rupture, ce qui leur confère un rapport (limite d'élasticité/résistance) très favorable lors des opérations de formage. Leur capacité de consolidation est très grande, ce qui permet une bonne répartition des déformations dans le cas d'une collision et l'obtention d'une limite d'élasticité nettement plus importante sur pièce après formage. On peut réaliser ainsi des pièces aussi complexes qu'avec des aciers conventionnels, mais avec des propriétés mécaniques plus élevées, ce qui autorise une diminution d'épaisseur pour tenir un cahier des charges fonctionnel identique. De la sorte, ces aciers sont une réponse efficace aux exigences d'allègement et de sécurité des véhicules. Dans le domaine des tôles laminées à chaud (d'épaisseur allant par exemple de 1 à 10mm) ou laminées à froid (épaisseur allant par exemple de 0,5 à 3 mm), ce type d'aciers trouve notamment des applications pour des pièces de structures et de sécurité pour les véhicules automobile, telles que les traverses, longerons, pièces de renfort, ou encore les voiles de roues.

[0002] Les exigences récentes d'allègement et de réduction de la consommation d'énergie ont conduit à une demande accrue d'aciers dual-phase à très haute résistance, c'est à dire dont la résistance mécanique R_m est comprise entre 980 et 1100MPa. Outre ce niveau de résistance, ces aciers doivent présenter une bonne soudabilité et une bonne aptitude à la galvanisation en continu au trempé. Ces aciers doivent également présenter une bonne aptitude au pliage.

[0003] La fabrication d'aciers Dual Phase à haute résistance est par exemple décrite dans le document EP1201780 A1 relatif à des aciers de composition : 0,01-0,3%C, 0,01-2%Si, 0,05-3%Mn, <0,1%P, <0,01%S, 0,005-1%Al, dont la résistance mécanique est supérieure à 540MPa, qui présentent une bonne résistance à la fatigue et une aptitude à l'expansion de trou. Cependant, la plupart des exemples présentés dans ce document révèlent une résistance inférieure à 875 MPa. Les rares exemples dans ce document allant au delà de cette valeur sont relatifs à des aciers à forte teneur en carbone (0,25 ou 0,31%) pour lesquelles l'aptitude au soudage et à l'expansion de trou n'est pas suffisante.

[0004] Le document EP0796928A1 décrit par ailleurs des aciers Dual Phase laminés à froid dont la résistance est supérieure à 550MPa, de composition 0,05-0,3%C, 0,8-3%Mn, 0,4-2,5%Al, 0,01-0,2%Si. La matrice ferritique contient de la martensite, de la bainite et/ou de l'austénite résiduelle. Les exemples présentés montrent que la résistance ne dépasse pas 660MPa, même pour une teneur en carbone élevée (0,20-0,21 %)

[0005] Le document JP11350038 décrit des aciers Dual Phase dont la résistance est supérieure à 980MPa, de composition 0,10-0,15%C, 0,8-1,5%Si, 1,5-2,0%Mn, 0,01-0,05%P, moins de 0,005%S, 0,01-0,07%Al en solution, moins de 0,01%N, contenant en outre un ou plusieurs éléments : 0,001-0,02%Nb, 0,001-0,02%V, 0,001-0,02%Ti. Cette résistance élevée est cependant obtenue au prix d'une addition importante de silicium qui permet certes la formation de martensite, mais peut néanmoins conduire à la formation d'oxydes superficiels qui détériorent la revêtabilité au trempé.

[0006] Le but de la présente invention est de proposer un procédé de fabrication de tôles d'aciers dual-phase à très haute résistance, laminées à froid, nues ou revêtues, ne présentant pas les inconvénients mentionnés précédemment.

[0007] Elle vise à mettre à disposition des tôles d'acier Dual Phase présentant une résistance mécanique comprise entre 980 et 1100 MPa conjointement avec un allongement à rupture supérieur à 9% et une bonne aptitude au formage, notamment au pliage

[0008] L'invention vise également à mettre à disposition un procédé de fabrication dont de faibles variations des paramètres n'entraînent pas de modifications importantes de la microstructure ou des propriétés mécaniques.

[0009] L'invention vise également à mettre à disposition une tôle d'acier aisément fabricable par laminage à froid, c'est à dire dont la dureté après l'étape de laminage à chaud est limitée de telle sorte que les efforts de laminage restent modérés lors de l'étape de laminage à froid.

[0010] Elle vise également à disposer d'une tôle d'acier apte au dépôt d'un revêtement métallique, en particulier par galvanisation au trempé selon les procédés usuels.

[0011] Elle vise encore à disposer d'un acier présentant une bonne aptitude au soudage au moyen des procédés d'assemblage usuels tels que le soudage par résistance par points.

[0012] L'invention vise également à mettre à disposition un procédé de fabrication économique en évitant l'addition d'éléments d'alliage coûteux.

[0013] A cet effet, l'invention a pour objet une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et recuite de résistance comprise entre 980 et 1100MPa, d'allongement à rupture supérieur à 9 %, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,055\% \leq C \leq 0,095\%$, $2\% \leq Mn \leq 2,6\%$, $0,005\% \leq Si \leq 0,35\%$, $S \leq 0,005\%$, $P \leq 0,050\%$, $0,1 \leq Al \leq 0,3\%$, $0,05\% \leq Mo \leq 0,25\%$, $0,2\% \leq Cr \leq 0,5\%$, étant entendu que $Cr + 2Mo \leq 0,6\%$, $Ni \leq 0,1\%$, $0,010 \leq Nb \leq 0,040\%$, $0,010 \leq Ti \leq 0,050\%$, $0,0005 \leq B \leq 0,0025\%$, $0,002\% \leq N \leq 0,007\%$, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

[0014] Préférentiellement, la composition de l'acier contient, la teneur étant exprimée en poids : $0,12\% \leq Al \leq 0,25\%$.
 [0015] Selon un mode préféré, la composition de l'acier contient, la teneur étant exprimée en poids : $0,10\% \leq Si \leq 0,30\%$.
 [0016] La composition de l'acier contient à titre préférentiel : $0,15\% \leq Si \leq 0,28\%$.
 [0017] Selon un mode préféré, la composition contient : $P \leq 0,015\%$.

[0018] La microstructure de la tôle contient préférentiellement 35 à 50% de martensite en proportion surfacique.
 [0019] Selon un mode particulier, le complément de la microstructure est constitué de 50 à 65% de ferrite en proportion surfacique.

[0020] Selon un autre mode particulier, le complément de la microstructure est constitué de 1 à 10% de bainite et de 40 à 64% de ferrite en proportion surfacique.

[0021] La fraction surfacique de ferrite non recristallisée rapportée à la totalité de la phase ferritique est préférentiellement inférieure ou égale à 15%.

[0022] La tôle d'acier possède préférentiellement un rapport entre sa limite d'élasticité R_e et sa résistance R_m tel que : $0,6 \leq R_e/R_m \leq 0,8$.

[0023] Selon un mode particulier, la tôle est galvanisée en continu.

[0024] Selon un autre mode particulier, la tôle comporte un revêtement galvannealed.

[0025] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et recuite **caractérisé en ce qu'on** approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des caractéristiques ci-dessus, puis

- on coule l'acier sous forme de demi-produit, puis
- on porte le demi-produit à une température $1150^\circ\text{C} \leq T_R \leq 1250^\circ\text{C}$, puis
- on lamine à chaud le demi-produit avec une température de fin de laminage $T_{FL} \geq Ar3$ pour obtenir un produit laminé à chaud, puis
- on bobine le produit laminé à chaud à une température $500^\circ\text{C} \leq T_{bob} \leq 570^\circ\text{C}$, puis on décape le produit laminé à chaud, puis on effectue un laminage à froid avec un taux de réduction compris entre 30 et 80% pour obtenir un produit laminé à froid, puis
- on chauffe le produit laminé à froid à une vitesse $1^\circ\text{C/s} \leq V_C \leq 5^\circ\text{C/s}$ jusqu'à une température de recuit T_M telle que : $Ac1 + 40^\circ\text{C} \leq T_M \leq Ac3 - 30^\circ\text{C}$ où l'on effectue un maintien pendant une durée : $30\text{s} \leq t_M \leq 300\text{s}$ de façon à obtenir un produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite, puis
- on refroidit le produit jusqu'à une température inférieure à la température M_s avec une vitesse V suffisante pour que l'austénite se transforme totalement en martensite.

[0026] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid, recuite et galvanisée **caractérisé en ce qu'on** approvisionne le produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite selon la caractéristique ci-dessus puis,

- on refroidit le produit chauffé et recuit avec une vitesse V_R suffisante pour éviter la transformation de l'austénite en ferrite, jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, puis
- on galvanise en continu le produit par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de Zn à une température $450^\circ\text{C} \leq T_{Zn} \leq 480^\circ\text{C}$ pour obtenir un produit galvanisé, puis
- on refroidit le produit galvanisé jusqu'à la température ambiante avec une vitesse V'_R supérieure à 4°C/s pour obtenir une tôle d'acier laminée à froid, recuite et galvanisée.

[0027] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et galvannealed, **caractérisé en ce qu'on** approvisionne le produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite selon la caractéristique ci-dessus, puis,

- on refroidit le produit chauffé et recuit avec une vitesse V_R suffisante pour éviter la transformation de ladite austénite en ferrite, jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, puis
- on galvanise en continu le produit par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de Zn à une température $450^\circ\text{C} \leq T_{Zn} \leq 480^\circ\text{C}$ pour obtenir un produit galvanisé, puis
- on chauffe le produit galvanisé à une température T_G comprise entre 490 et 550°C pendant une durée t_G comprise entre 10 et 40 s pour obtenir un produit galvannealed, puis
- on refroidit le produit galvannealed jusqu'à la température ambiante à une vitesse V''_R supérieure à 4°C/s , pour obtenir une tôle d'acier laminée à froid et galvannealed.

[0028] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication selon l'une des caractéristiques ci-dessus, **caractérisé en ce que** la température T_M est comprise entre 760 et 830°C .

[0029] Selon un mode particulier, la vitesse de refroidissement V_R est supérieure ou égale à 15°C/s.

[0030] L'invention a également pour objet l'utilisation d'une tôle d'acier selon l'une quelconque des caractéristiques ci-dessus, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des caractéristiques ci-dessus, pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité pour véhicules automobiles.

[0031] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous, donnée à titre d'exemple et faite en référence aux figures annexées ci-jointes selon lesquelles :

- La figure 1 présente un exemple de microstructure d'une tôle d'acier selon l'invention
- Les figures 2 et 3 présentent des exemples de microstructure de tôles d'acier non conforme à l'invention.

[0032] L'invention va maintenant être décrite de façon plus précise, mais non limitative, en considérant ses différents éléments caractéristiques :

[0033] En ce qui concerne la composition chimique de l'acier, le carbone joue un rôle important sur la formation de la microstructure et sur les propriétés mécaniques : au-dessous de 0,055% en poids, la résistance devient insuffisante. Au-delà de 0,095%, un allongement de 9% ne peut plus être garanti. La soudabilité est également réduite.

[0034] Outre un effet durcissant par solution solide, le manganèse est un élément qui augmente la trempabilité et réduit la précipitation de carbures. Une teneur minimale de 2% en poids est nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques désirées. Cependant, au-delà de 2,6%, son caractère gammagène conduit à la formation d'une structure en bandes trop marquée.

[0035] Le silicium est un élément participant à la désoxydation de l'acier liquide et au durcissement en solution solide. Cet élément joue en outre un rôle important dans la formation de la microstructure en empêchant la précipitation des carbures et en favorisant la formation de martensite qui entre dans la structure des aciers Dual Phase. Il joue un rôle effectif au-delà de 0,005%. Une addition de silicium en quantité supérieure à 0,10%, préférentiellement supérieure à 0,15%, permet d'atteindre les plus hauts niveaux de résistance visés par l'invention. Cependant, une augmentation de la teneur en silicium dégrade l'aptitude au revêtement au trempé en favorisant la formation d'oxydes adhérents à la surface des produits : sa teneur doit être limitée à 0,35% en poids, et préférentiellement à 0,30% pour obtenir une bonne revêtabilité. En outre, le silicium diminue la soudabilité : une teneur inférieure à 0,28% permet d'assurer simultanément une très bonne aptitude au soudage ainsi qu'une bonne revêtabilité.

[0036] Au-delà d'une teneur en soufre de 0,005%, la ductilité est réduite en raison de la présence excessive de sulfures tels que MnS qui diminuent l'aptitude à la déformation, en particulier lors d'essais d'expansion de trou.

[0037] Le phosphore est un élément qui durcit en solution solide mais qui diminue la soudabilité par points et la ductilité à chaud, particulièrement en raison de son aptitude à la ségrégation aux joints de grains ou à la co-ségrégation avec le manganèse. Pour ces raisons, sa teneur doit être limitée à 0,050%, et préférentiellement à 0,015% afin d'obtenir une bonne aptitude au soudage par points.

[0038] L'aluminium joue un rôle important dans l'invention en empêchant la précipitation des carbures et en favorisant la formation des constituants martensitiques au refroidissement. Ces effets sont obtenus lorsque la teneur en aluminium est supérieure à 0,1%, et préférentiellement lorsque la teneur en aluminium est supérieure à 0,12%.

[0039] Sous forme d'AlN, l'aluminium limite la croissance du grain lors du recuit après laminage à froid. Cet élément est aussi utilisé pour la désoxydation de l'acier liquide en quantité usuellement inférieure à environ 0,050%. On considère en effet habituellement que des teneurs plus importantes accroissent l'érosion des réfractaires et le risque de bouchage des busettes. En quantité excessive, l'aluminium diminue la ductilité à chaud et augmente le risque d'apparition de défauts en coulée continue. On cherche également à limiter les inclusions d'alumine, en particulier sous forme d'amas, dans le but de garantir des propriétés d'allongement suffisantes. Or les inventeurs ont mis en évidence, en liaison avec les autres éléments de la composition, qu'une quantité d'aluminium allant jusqu'à 0,3% en poids pouvait être ajoutée sans effet néfaste vis-à-vis des autres propriétés requises, en particulier vis-à-vis de l'aptitude à la déformation, et permettait également d'obtenir les propriétés microstructurales et mécaniques visées. Au-delà de 0,3%, il existe un risque d'interaction entre le métal liquide et le laitier lors de la coulée continue, qui conduit à l'apparition éventuelle de défauts. Une teneur en aluminium allant jusqu'à 0,25% en poids permet d'assurer la formation d'une microstructure fine sans îlots martensitiques de grande taille qui joueraient un rôle néfaste sur la ductilité.

[0040] Les inventeurs ont montré que, d'une manière surprenante, il était possible d'obtenir un niveau de résistance élevé, compris entre 980 et 1100MPa, même en dépit de la limitation des additions d'aluminium et de silicium. Ceci est obtenu par la combinaison particulière des éléments d'alliage ou de microalliage selon l'invention en particulier grâce aux additions de Mo, Cr, Nb, Ti, B.

[0041] En quantité supérieure à 0,05% en poids, le molybdène joue un rôle efficace sur la trempabilité et retarde le grossissement de la ferrite et l'apparition de la bainite. Cependant, une teneur supérieure à 0,25% accroît excessivement le coût des additions.

[0042] En quantité supérieure à 0,2%, le chrome, par son rôle sur la trempabilité, contribue également à retarder la formation de ferrite proeutectoïde. Au-delà de 0,5%, le coût de l'addition est là aussi excessif.

[0043] Les effets conjoints du chrome et du molybdène sur la trempabilité sont pris en compte dans l'invention selon leurs caractéristiques propres ; selon l'invention, les teneurs en chrome et en molybdène sont telles que : $Cr + (2 \times Mo) \leq 0,6\%$. Les coefficients dans cette relation traduisent l'influence respective de ces deux éléments sur la trempabilité en vue de favoriser l'obtention d'une structure ferritique fine.

[0044] Le titane et le niobium sont des éléments de microalliage utilisés conjointement selon l'invention :

- En quantité comprise entre 0,010 et 0,050%, le titane se combine essentiellement à l'azote et au carbone pour précipiter sous forme de nitrures et/ou de carbonitrures. Ces précipités sont stables lors d'un réchauffage des brames à 1150-1250°C avant le laminage à chaud, ce qui permet de contrôler la taille du grain austénitique. Au delà d'une teneur en titane de 0,050%, il existe un risque de former des nitrures de titane grossiers précipités dès l'état liquide, qui tendent à réduire la ductilité.
- En quantité supérieure à 0,010%, le niobium est très efficace pour former de fins précipités de Nb(CN) dans l'austénite ou dans la ferrite lors du laminage à chaud, ou encore lors du recuit dans une gamme de température voisine de l'intervalle de transformation intercritique. Il retarde la recristallisation lors du laminage à chaud et lors du recuit et affine la microstructure. Cependant, une quantité excessive en niobium diminuant la soudabilité, il convient de limiter celle-ci à 0,040%.

[0045] Les teneurs en titane et en niobium ci-dessus permettent de faire en sorte que l'azote soit entièrement piégé sous forme de nitrures ou de carbonitrures, si bien que le bore se trouve sous forme libre et peut jouer un rôle efficace sur la trempabilité.

[0046] La teneur minimale en bore pour assurer une trempabilité efficace est de 0,0005%. Au delà de 0,0025%, l'effet sur la trempabilité est saturé et on constate un effet néfaste sur la revêtabilité et sur la ductilité à chaud.

[0047] Afin de former une quantité suffisante de nitrures et de carbonitrures, une teneur minimale de 0,002% en azote est requise. La teneur en azote est limitée à 0,007% pour éviter la formation de BN qui diminuerait la quantité de bore libre nécessaire au durcissement de la ferrite.

[0048] Une addition optionnelle de nickel peut être réalisée de façon à obtenir un durcissement supplémentaire de la ferrite. Cette addition est cependant limitée à 0,1 % pour des raisons de coût.

[0049] La mise en oeuvre du procédé de fabrication d'une tôle laminée selon l'invention est la suivante :

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

[0050] Les demi-produits coulés sont tout d'abord portés à une température T_R supérieure à 1150 °C pour atteindre en tout point une température favorable aux déformations élevées que va subir l'acier lors du laminage. Cependant, si la température T_R est trop importante, les grains austénitiques croissent de façon indésirable. Dans ce domaine de température, les seuls précipités susceptibles de contrôler efficacement la taille du grain austénitique sont les nitrures de titane, et il convient de limiter la température de réchauffage à 1250°C afin de maintenir un grain austénitique fin à ce stade.

[0051] Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces ou de bandes minces entre cylindres contra-rotatifs, l'étape de laminage à chaud de ces demi-produits débutant à plus de 1150°C peut se faire directement après coulée si bien qu'une étape de réchauffage intermédiaire n'est pas nécessaire dans ce cas.

[0052] On lamine à chaud le demi-produit dans un domaine de température où la structure de l'acier est totalement austénitique : si T_{FL} est inférieure à la température de début de transformation de l'austénite au refroidissement A_{r3} , les grains de ferrite sont écrouis par le laminage et la ductilité est réduite. Préférentiellement, on choisira une température de fin de laminage supérieure à 850°C.

[0053] On bobine ensuite le produit laminé à chaud à une température T_{bob} comprise entre 500 et 570°C : cette gamme de température permet d'obtenir une transformation bainitique complète pendant le maintien quasi-isotherme associé au bobinage. Lorsque la température de bobinage est trop basse, la dureté du produit est augmentée, ce qui augmente les efforts nécessaires lors du laminage à froid à froid ultérieur.

[0054] On décape le produit laminé à chaud selon un procédé connu en lui-même, puis on effectue un laminage à froid avec un taux de réduction compris préférentiellement entre 30 et 80%.

[0055] On chauffe ensuite le produit laminé à froid, préférentiellement au sein d'une installation de recuit continu, avec une vitesse moyenne de chauffage V_c comprise entre 1 et 5°C/s. En relation avec la température de recuit T_M ci-dessous, cette gamme de vitesse de chauffage permet d'obtenir une fraction de ferrite non recristallisée inférieure ou égale à 15%.

[0056] Le chauffage est effectué jusqu'à une température de recuit T_M comprise entre la température A_{c1} (température

de début de transformation allotropique au chauffage)+40°C, et A_{c3} (température de fin de transformation allotropique au chauffage) - 30°C, c'est à dire dans une gamme de température particulière du domaine intercritique : lorsque T_M est inférieure à ($A_{c1}+40^\circ\text{C}$), la structure peut comporter encore des zones de ferrite non recristallisées dont la fraction surfacique peut atteindre 15%. Cette proportion de ferrite non recristallisée est évaluée de la façon suivante : après avoir identifié la phase ferritique au sein de la microstructure, on quantifie le pourcentage surfacique de ferrite non recristallisée rapportée à la totalité de la phase ferritique. On a mis en évidence que ces zones non recristallisées jouent un rôle néfaste sur la ductilité et ne permettent pas d'obtenir les caractéristiques visées par l'invention. Une température de recuit T_M selon l'invention permet d'obtenir une quantité d'austénite suffisante pour former ultérieurement au refroidissement de la martensite en quantité telle que les caractéristiques désirées soient atteintes. Une température T_M inférieure à ($A_{c3} - 30^\circ\text{C}$) permet également d'assurer que la teneur en carbone des îlots d'austénite formés à la température T_M conduit bien à une transformation martensitique ultérieure : lorsque la température de recuit est trop élevée, la teneur en carbone des îlots d'austénite devient trop faible, ce qui conduit à une transformation ultérieure en bainite ou en perlite non favorable. De plus, une température trop élevée conduit à un accroissement de la taille des précipités de niobium qui perdent une partie de leur capacité de durcissement. La résistance mécanique finale est alors diminuée.

[0057] On choisira préférentiellement à cet effet une température T_M comprise entre 760°C et 830°C.

[0058] Une durée de maintien minimale t_M de 30s à la température T_M permet la dissolution des carbures, une transformation partielle en austénite est réalisée. L'effet est saturé au delà d'une durée de 300 s. Un temps de maintien supérieur à 300s est également difficilement compatible avec les exigences de productivité des installations de recuit continu, en particulier la vitesse de défilement. La durée de maintien t_M est comprise entre 30 et 300s.

[0059] Les étapes suivantes du procédé diffèrent selon que l'on fabrique une tôle d'acier non revêtue, ou galvanisée en continu au trempé, ou galvannealed :

- Dans le premier cas, à la fin du maintien de recuit, on effectue un refroidissement jusqu'à une température inférieure à la température M_s (température de début de formation de la martensite) avec une vitesse de refroidissement V suffisante pour que l'austénite formée lors du recuit se transforme totalement en martensite.

[0060] Ce refroidissement peut être effectué à partir de la température T_M en une seule ou en plusieurs étapes et peut faire intervenir dans ce dernier cas différents modes de refroidissement tels que des bains d'eau froide ou bouillante, des jets d'eau ou de gaz. Ces éventuels modes de refroidissement accéléré peuvent être combinés de façon à obtenir une transformation martensitique complète de l'austénite. Après cette transformation martensitique, le tôle est refroidie jusqu'à la température ambiante.

[0061] La microstructure de la tôle nue refroidie est alors constituée d'une matrice ferritique avec des îlots de martensite dont la proportion surfacique est comprise entre 35 et 50%, et est exempte de bainite.

- Dans le cas où l'on souhaite fabriquer une tôle galvanisée en continu au trempé, à la fin du maintien de recuit, on refroidit le produit jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, la vitesse de refroidissement V_R étant suffisamment rapide pour éviter la transformation de l'austénite en ferrite. A cet effet, la vitesse de refroidissement V_R est préférentiellement supérieure à 15°C/s. On effectue la galvanisation au trempé par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc dont la température T_{Zn} est comprise entre 450 et 480°C. Une transformation partielle de l'austénite en bainite intervient à ce stade, qui conduit à la formation de 1 à 10% de bainite, cette valeur étant exprimée en proportion surfacique. Le maintien dans cette gamme de température doit être inférieur à 80s de façon à limiter la proportion surfacique de bainite à 10% et obtenir ainsi une proportion suffisante de martensite. On refroidit ensuite le produit galvanisé à une vitesse comprise V'_R supérieure à 4°C/s jusqu'à la température ambiante dans le but de transformer complètement la fraction d'austénite restante en martensite : on obtient de la sorte une tôle d'acier laminée à froid, recuite et galvanisée contenant en proportion surfacique 40-64% de ferrite, 35-50% de martensite et 1-10% de bainite.

- Dans le cas où l'on souhaite fabriquer une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et « galvannealed », c'est à dire galvanisée-alliée, on refroidit le produit à la fin du maintien de recuit jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, la vitesse de refroidissement V_R étant suffisamment rapide pour éviter la transformation de l'austénite en ferrite. A cet effet, la vitesse de refroidissement V_R est préférentiellement supérieure à 15°C/s. On effectue la galvanisation au trempé par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de zinc dont la température T_{Zn} est comprise entre 450 et 480°C. Une transformation partielle de l'austénite en bainite intervient à ce stade, qui conduit à la formation de 1 à 10% de bainite, cette valeur étant exprimée en proportion surfacique. Le maintien dans cette gamme de température doit être inférieur à 80s de façon à limiter la proportion de bainite à 10%. Après la sortie du bain de zinc, on chauffe le produit galvanisé à une température T_G comprise entre 490 et 550°C pendant une durée t_G comprise entre 10 et 40s. On provoque ainsi l'interdiffusion du fer et de la fine couche de zinc ou d'alliage de zinc déposée lors de l'immersion, ce qui permet d'obtenir un produit galvan-

EP 2 123 786 A1

nealed. On refroidit ce produit jusqu'à la température ambiante avec une vitesse V''_R supérieure à 4°C/s: on obtient de la sorte une tôle d'acier galvannealed à matrice ferritique, contenant en proportion surfacique 40-64% de ferrite, 35-50% de martensite et 1-10% de bainite. La martensite se trouve typiquement sous forme d'îlots de taille moyenne inférieure à 4 micromètres, voire deux micromètres, ces îlots présentant majoritairement, pour plus de 50% d'entre eux, une morphologie massive plutôt qu'une morphologie allongée. La morphologie d'un îlot donné est caractérisée par le rapport entre sa taille maximale $L_{\max}$ et minimale $L_{\min}$. Un îlot donné est considéré comme possédant une

morphologie massive lorsque son rapport $\frac{L_{\max}}{L_{\min}}$ est inférieur ou égal à 2.

[0062] La présente invention va être maintenant illustrée à partir des exemples suivants donnés à titre non limitatif :

Exemple:

[0063] On a élaboré des aciers dont la composition figure au tableau ci-dessous, exprimée en pourcentage pondéral, Outre les aciers IX à IZ ayant servi à la fabrication de tôles selon l'invention, on a indiqué à titre de comparaison la composition d'un acier R ayant servi à la fabrication de tôles de référence.

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tableau 1 Compositions d'aciers (% poids). R= Référence Valeurs soulignées : Non conformes à l'invention.

Acier	C (%)	Mn (%)	Si (%)	S (%)	P (%)	Al (%)	Mo (%)	Cr (%)	Cr+2Mo (%)	Ni (%)	Nb (%)	Ti (%)	B (%)	N (%)
IX	0,071	2,498	0,275	0.003	0,011	0,150	0,104	0.304	0,512	0,022	0,039	0,025	0,0024	0.004
IY	0,076	2,430	0.3	0,003	0,012	0,120	0.09	0,33	0,51	0,030	0,024	0.024	0,0018	0,0035
IZ	0,062	2,030	0,163	0,003	0,011	0,125	0,055	0,27	0,38	0,020	0,011	0,015	0,0011	0,004
R	<u>0.143</u>	<u>1.910</u>	0,23	0,002	0.012	<u>0.035</u>	0.1	0,24	0,44	.	:	:	:	0,004

EP 2 123 786 A1

[0064] Des demi-produits coulés correspondant aux compositions ci-dessus ont été réchauffés à 1230°C puis laminés à chaud jusqu'à une épaisseur de 2,8-4 mm dans un domaine où la structure est entièrement austénitique. Les conditions de fabrication de ces produits laminés à chaud (température de fin de laminage T_{FL} , température de bobinage T_{bob}) sont indiquées au tableau 2.

Tableau 2 Conditions de fabrication des produits laminés à chaud

Acier	T_{FL} (°C)	Ar3 (°C)	T_{bob} (°C)
IX	890	705	530
IY	880	715	540
IZ	880	735	530
R	880	700	550

[0065] Les produits laminés à chaud ont été ensuite décapés puis laminés à froid jusqu'à une épaisseur de 1,4 à 2 mm soit un taux de réduction de 50%. A partir d'une même composition, certains aciers ont fait l'objet de différentes conditions de fabrication. Les références IX1, IX2 et IX3 désignent par exemple trois tôles d'aciers fabriquées selon des conditions différentes à partir de la composition d'acier IX. Les tôles ont été galvanisées au trempé dans un bain de zinc à une température T_{Zn} de 460°C, d'autres ont fait en outre l'objet d'un traitement de galvannealing. Le tableau 3 indique les conditions de fabrication des tôles recuites après laminage à froid :

- Vitesse de chauffage V_c
- Température de recuit T_M
- Temps de maintien au recuit t_M
- Vitesse de refroidissement après recuit V_R
- Vitesse de refroidissement après galvanisation V'_R
- Température de galvannealing T_G
- Durée de galvannealing t_G
- Vitesse de refroidissement V''_R après traitement de galvannealing

[0066] Les températures de transformation A_{c1} et A_{c3} ont été également portées au tableau 3.

Tableau 3 Conditions de fabrications des tôles laminées à froid et recuites Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

Tôle d'acier	V_c (°C/s)	T_M (°C)	$A_{o1}-A_{c2}$ (°C)	t_M (s)	V_R (°C/s)	V'_R (°C/s)	T_Q (°C)	t_G (s)	V''_R (°C/s)
IX1 Invention	2	800	710-870	90	20	18	-	-	-
IX2 Invention	2	780	710-870	90	20	18	-	-	-
IX3 Référence	2	<u>740</u>	710-870	100	17	15	-	-	-
IX4 Invention	2	800	710-870	100	20	-	520	10	10
IX5 Référence	2	<u>850</u>	710-870	100	20	-	520	10	10
IX6 Référence	2	<u>745</u>	710-870	100	20	-	520	10	10

EP 2 123 786 A1

(suite)

Tôle d'acier	Vc (°C/s)	T _M (°C)	A ₀₁ -A _{c2} (°C)	t _M (s)	V _R (°C/s)	V' _R (°C/s)	T _Q (°C)	t _G (s)	V' _R (°C/s)
IX7 Référence	2	800	710-870	100	<u>10</u>	-	520	10	10
IY1 Exemple 2	2	780	710-865	90	20	18	-	-	-
IY2 Exemple	2	800	710-865	100	20	-	520	10	10
IZ Exemple	2	800	710-865	100	20	-	520	10	10
R Référence	2	800	715-810	90	20	18	-	-	-

[0067] Les propriétés mécaniques de traction obtenues (limite d'élasticité Re, résistance Rm, allongement à rupture A ont été portées au tableau 4 ci-dessous. Le rapport Re/Rm a été également indiqué.

[0068] On a également déterminé la microstructure des aciers, dont la matrice est ferritique. Les fractions surfaciques de bainite et de martensite ont été quantifiées après attaque aux réactifs Picral et LePera respectivement, suivies par une analyse d'image grâce au logiciel Aphelion™. On a également déterminé la fraction surfacique de ferrite non recristallisée grâce à des observations en microscopie optique et électronique à balayage où l'on a identifié la phase ferritique, puis quantifié la fraction recristallisée au sein de cette phase ferritique. La ferrite non recristallisée se présente en général sous forme d'îlots allongés par le laminage.

[0069] L'aptitude au pliage a été quantifiée de la façon suivante : des tôles ont été pliées à bloc sur elles-mêmes en plusieurs tours. De la sorte, le rayon de pliage diminue à chaque tour. L'aptitude au pliage est ensuite évaluée en relevant la présence de fissures à la surface du bloc plié, la cotation étant exprimée de 1 (faible aptitude au pliage) à 5 (très bonne aptitude) Des résultats cotés 1-2 sont considérés comme non satisfaisants.

Tableau 4 Résultats obtenus sur les tôles laminées à froid et recuites Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

Tôle d'acier	Fraction de ferrite (%)	Fraction de bainite (%)	Fraction de martensite (%)	Fraction de ferrite non recristallisée (%)	Re (MPa)	Rm (MPa)	Re/R _m	A (%)	Aptitude au pliage
IX1 Invention	50	6	44	0	720	1020	0,71	11	3
IX2 Invention	52	2	46	0	680	1030	0,66	10	3
IX3 référence	48	<u>0</u>	<u>52</u>	<u>25</u>	700	<u>1120</u>	0.62	<u>6</u>	<u>1</u>
IX4 Invention	50	8	42	0	760	1030	0,74	10	3
IX5 référence	55	<u>12</u>	<u>33</u>	0	780	<u>950</u>	<u>0.82</u>	12	3
IX6 référence	46	1	<u>53</u>	<u>20</u>	750	<u>1130</u>	0,66	<u>7</u>	1
IX7 référence	56	<u>11</u>	<u>33</u>	0	755	<u>955</u>	0.79	12	3

EP 2 123 786 A1

(suite)

Tôle d'acier	Fraction de ferrite (%)	Fraction de bainite (%)	Fraction de martensite (%)	Fraction de ferrite non recristallisée (%)	Re (MPa)	Rm (MPa)	Re/R _m	A (%)	Aptitude au pliage
IY1 Exemple	52	2	46	0	650	1030	0,63	13	4
IY2 Exemple	50	7	43	0	680	1020	0,67	12	4
IZ Exemple	48	6	46	0	630	1025	0,61	14	4
R référence	<u>72</u>	3	<u>25</u>	0	490	<u>810</u>	0,60	18	<u>2</u>

[0070] Les tôles d'aciers selon l'invention présentent un ensemble de caractéristiques microstructurales et mécaniques permettant la fabrication avantageuse de pièces, notamment pour des applications structurales :

résistance comprise entre 980 et 1100Pa, rapport R_e/R_m compris entre 0,6 et 0,8, allongement à rupture supérieur à 9%, bonne aptitude au pliage. La figure 1 illustre la morphologie de la tôle d'acier IX1, où la ferrite est totalement recristallisée.

[0071] Les tôles selon l'invention présentent une bonne aptitude au soudage, notamment par résistance, le carbone équivalent étant inférieur à 0,25.

[0072] Par comparaison, les tôles de référence n'offrent pas ces mêmes caractéristiques :

[0073] Les tôles d'acier IX3 (galvanisée) et IX6 (galvannealed) ont été recuites à une température T_M trop faible : en conséquence, la fraction de ferrite non recristallisée est excessive ainsi que la fraction de martensite. Ces caractéristiques microstructurales sont associées à une diminution de l'allongement et de l'aptitude au pliage. La figure 2 illustre la microstructure de la tôle d'acier IX3 : on note la présence de ferrite non recristallisée sous forme d'îlots allongés (repérés (A)) coexistant avec la ferrite recristallisée et la martensite, ce dernier constituant apparaissant plus foncé sur la micrographie. Une micrographie en Microscopie Electronique à Balayage (figure 3) permet de distinguer finement les zones de ferrite non recristallisée (A) de celles recristallisées (B).

[0074] La tôle IX5 est une tôle galvannealed recuite à une température T_M trop élevée : la teneur en carbone de l'austénite à haute température devient alors trop faible et l'apparition de la bainite est favorisée au détriment de la formation de martensite. On assiste également à une coalescence des précipités de niobium, ce qui provoque une perte de durcissement. La résistance est alors insuffisante, le rapport R_e/R_m étant trop élevé.

[0075] La tôle IX7 galvannealed a été refroidie à une vitesse V_R trop lente après l'étape de recuit : la transformation de l'austénite formée en ferrite se produit alors dans cette étape de refroidissement de façon excessive, la tôle d'acier contenant au stade final une proportion de bainite trop importante et une proportion de martensite trop faible, ce qui conduit à une résistance insuffisante.

[0076] La composition de la tôle d'acier R ne correspond pas à l'invention, sa teneur en carbone étant trop importante, et sa teneur en manganèse, aluminium, niobium, titane, bore étant trop faibles. En conséquence, la fraction de martensite est trop faible si bien que la résistance mécanique est insuffisante. Les tôles d'aciers selon l'invention seront utilisées avec profit pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité dans l'industrie automobile.

Revendications

1. Tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et recuite de résistance comprise entre 980 et 1100MPa, d'allongement à rupture supérieur à 9 %, dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,055\% \leq C \leq 0,095\%$$

EP 2 123 786 A1

$2\% \leq \text{Mn} \leq 2,6\%$

5

$0,005\% \leq \text{Si} \leq 0,35\%$

10

$\text{S} \leq 0,005\%$

15

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

$0,1 \leq \text{Al} \leq 0,3\%$

20

$0,05\% \leq \text{Mo} \leq 0,25\%$

25

$0,2\% \leq \text{Cr} \leq 0,5\%$

étant entendu que $\text{Cr} + 2\text{Mo} \leq 0,6\%$

30

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

$0,010 \leq \text{Nb} \leq 0,040\%$

35

$0,010 \leq \text{Ti} \leq 0,050\%$

40

$0,0005 \leq \text{B} \leq 0,0025\%$

45

$0,002\% \leq \text{N} \leq 0,007\%$

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

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

50

$0,12\% \leq \text{Al} \leq 0,25\%$

55

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

$$0,10\% \leq \text{Si} \leq 0,30\%$$

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

$$0,15\% \leq \text{Si} \leq 0,28\%$$

- 10 5. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisée en ce que** la composition dudit acier contient, la teneur étant exprimée en poids :

$$\text{P} \leq 0,015\%$$

- 20 6. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que** sa microstructure contient 35 à 50% de martensite en proportion surfacique

7. Tôle d'acier selon la revendication 6, **caractérisée en ce que** le complément de ladite microstructure est constitué de 50 à 65% de ferrite en proportion surfacique

- 25 8. Tôle d'acier selon la revendication 6, **caractérisée en ce que** le complément de ladite microstructure est constitué de 1 à 10% de bainite et de 40 à 64% de ferrite en proportion surfacique

9. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 **caractérisée en ce que** sa fraction surfacique de ferrite non recristallisée rapportée à la totalité de la phase ferritique, est inférieure ou égale à 15%

- 30 10. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 **caractérisée en ce que** le rapport entre sa limite d'élasticité R_e et sa résistance R_m est tel que : $0,6 \leq R_e/R_m \leq 0,8$

- 35 11. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou 8 à 10, **caractérisée qu'elle** est galvanisée en continu

12. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou 8 à 10, **caractérisée qu'elle** comporte un revêtement galvannealed

- 40 13. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et recuite **caractérisé en ce qu'on** approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, puis

- on coule ledit acier sous forme de demi-produit, puis
- on porte ledit demi-produit à une température $1150^\circ\text{C} \leq T_R \leq 1250^\circ\text{C}$, puis
- on lamine à chaud ledit demi-produit avec une température de fin de laminage $T_{FL} \geq \text{Ar3}$ pour obtenir un produit laminé à chaud, puis
- on bobine ledit produit laminé à chaud à une température T_{bob} telle que : $500^\circ\text{C} \leq T_{bob} \leq 570^\circ\text{C}$, puis
- on décape ledit produit laminé à chaud, puis
- on effectue un laminage à froid avec un taux de réduction compris entre 30 et 80% pour obtenir un produit laminé à froid, puis
- on chauffe ledit produit laminé à froid à une vitesse $1^\circ\text{C/s} \leq V_C \leq 5^\circ\text{C/s}$ jusqu'à une température de recuit T_M telle que : $\text{Ac1} + 40^\circ\text{C} \leq T_M \leq \text{Ac3} - 30^\circ\text{C}$ où l'on effectue un maintien pendant une durée : $30\text{s} \leq t_M \leq 300\text{s}$ de façon à obtenir un produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite, puis
- on refroidit ledit produit jusqu'à une température inférieure à la température M_s avec une vitesse V suffisante pour que ladite austénite se transforme totalement en martensite

- 55 14. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid, recuite et galvanisée **caractérisé en ce qu'on** approvisionne ledit produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite selon la revendication 13 puis,

- on refroidit ledit produit chauffé et recuit avec une vitesse V_R suffisante pour éviter la transformation de ladite austénite en ferrite, jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, puis
- on galvanise en continu ledit produit par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de Zn à une température $450^{\circ}\text{C} \leq T_{Zn} \leq 480^{\circ}\text{C}$ pour obtenir un produit galvanisé, puis
- on refroidit ledit produit galvanisé jusqu'à la température ambiante avec une vitesse V'_R supérieure à 4°C/s pour obtenir une tôle d'acier laminée à froid, recuite et galvanisée

15. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier Dual Phase laminée à froid et galvannealed, **caractérisé en ce qu'on** approvisionne ledit produit chauffé et recuit avec une structure comprenant de l'austénite selon la revendication 13 puis,

- on refroidit ledit produit chauffé et recuit avec une vitesse V_R suffisante pour éviter la transformation de ladite austénite en ferrite, jusqu'à atteindre une température proche de la température T_{Zn} de galvanisation au trempé, puis
- on galvanise en continu ledit produit par immersion dans un bain de zinc ou d'alliage de Zn à une température $450^{\circ}\text{C} \leq T_{Zn} \leq 480^{\circ}\text{C}$ pour obtenir un produit galvanisé, puis
- on chauffe ledit produit galvanisé à une température T_G comprise entre 490 et 550°C pendant une durée t_G comprise entre 10 et 40 s pour obtenir un produit galvannealed, puis
- on refroidit ledit produit galvannealed jusqu'à la température ambiante à une vitesse V''_R supérieure à 4°C/s , pour obtenir une tôle d'acier laminée à froid et galvannealed

16. Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, **caractérisé en ce que** ladite température T_M est comprise entre 760 et 830°C

17. Procédé de fabrication selon la revendication 14 ou 15, **caractérisé en ce que** ladite vitesse de refroidissement V_R est supérieure ou égale à 15°C/s

18. Utilisation d'une tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, ou fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 17, pour la fabrication de pièces de structures ou de sécurité pour véhicules automobiles

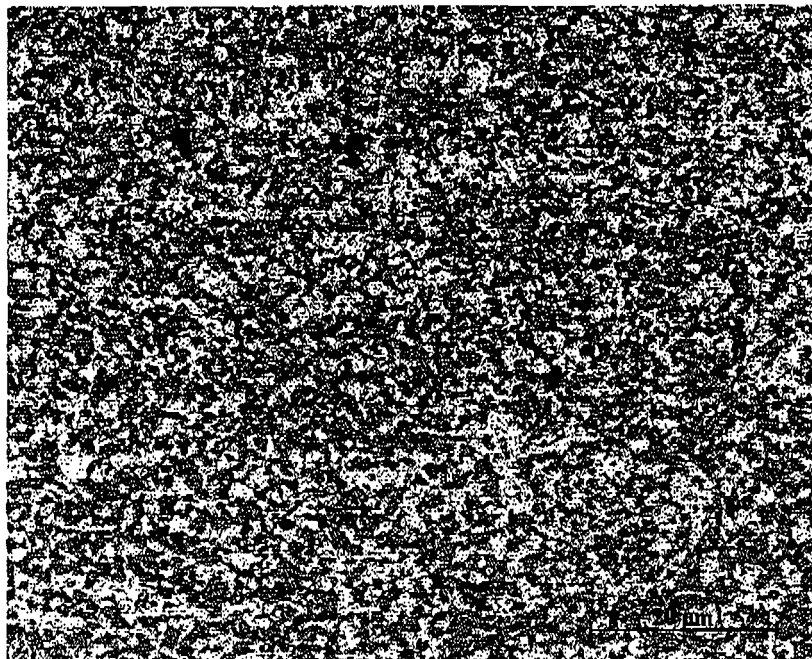


Fig. 1

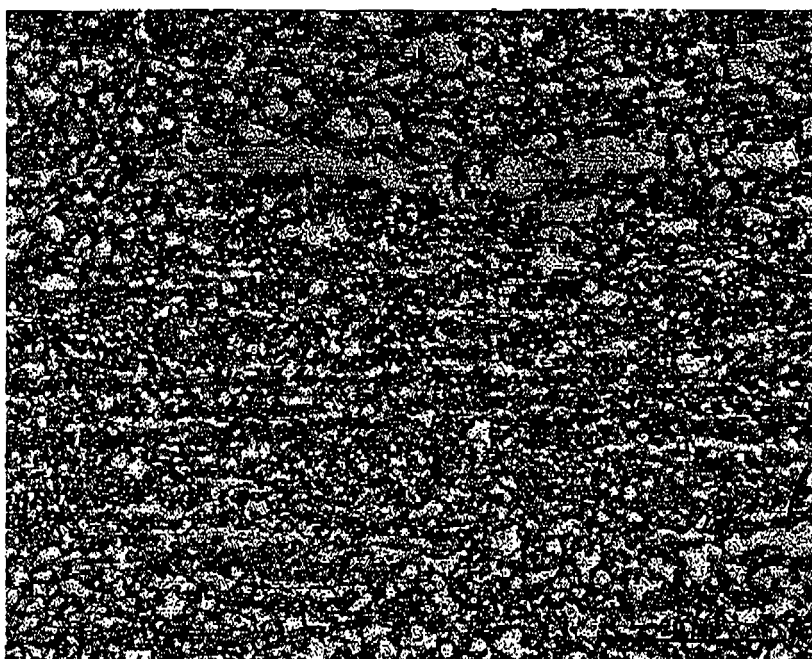


Fig. 2

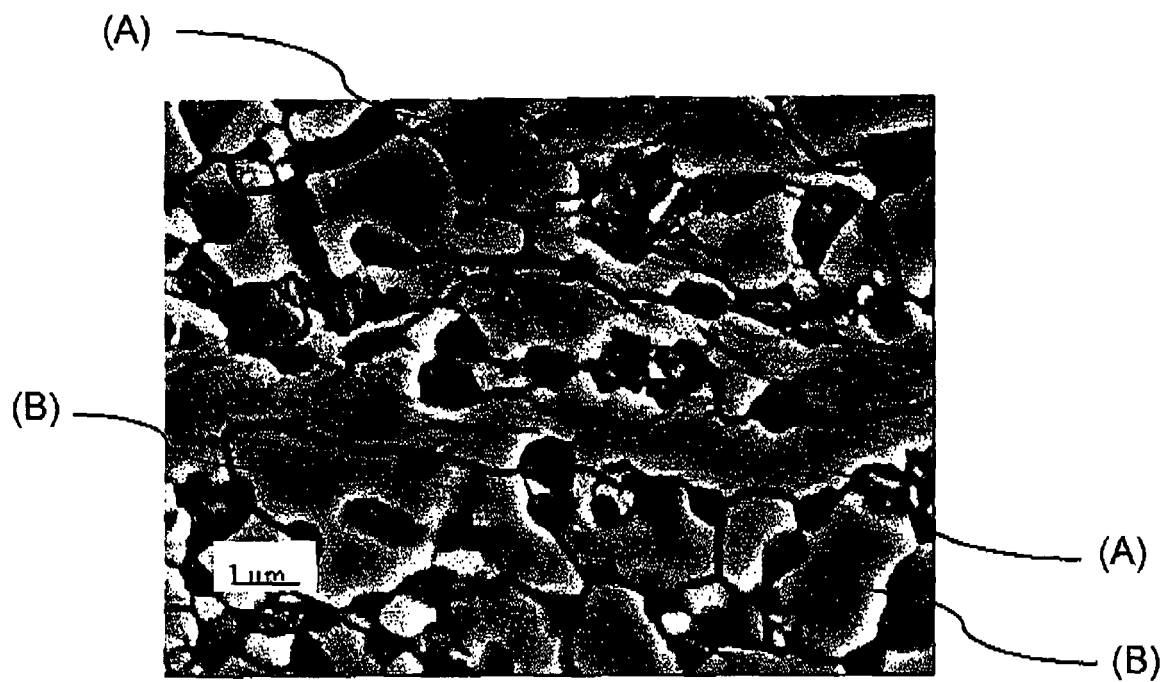


Fig. 3



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 08 29 0474

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 2 790 009 A (LORRAINE LAMINAGE [FR]) 25 août 2000 (2000-08-25) * page 3, ligne 23-26 - pages 4-7, ligne 10-2; revendications 1-16 *	1-11,13, 16-18	INV. C22C38/04 C21D8/02 C23C2/06 C23C2/02
X	JP 2000 017385 A (NIPPON STEEL CORP) 18 janvier 2000 (2000-01-18)	1-10,18	
Y	* le document en entier *	11-17	
Y	US 2003/091857 A1 (PRADHAN RAJENDRA [US] ET AL) 15 mai 2003 (2003-05-15) * alinéas [0034] - [0065]; revendications 1-12 *	11-17	
D,Y	EP 0 796 928 A (THYSSEN STAHL AG [DE]) 24 septembre 1997 (1997-09-24) * page 3, ligne 3-37 - page 4, ligne 9-33; revendications 1-6; exemples 1-5 *	11-17	
Y	US 2003/129444 A1 (MATSUOKA SAIJI [JP] ET AL) 10 juillet 2003 (2003-07-10) * alinéas [0093] - [0124]; revendications 1-24; tableaux 5a,5b,6a-8b *	11-14, 16,17	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) C22C C21D C23C
X	EP 1 548 142 A (KOBE STEEL LTD [JP]) 29 juin 2005 (2005-06-29)	1-10,18	
Y	* alinéas [0019], [0037], [0038], [0051] - [0055], [0062]; tableaux 1,ex.29 *	11-17	
D,A	JP 11 350038 A (NIPPON KOKAN KK) 21 décembre 1999 (1999-12-21)		
A	US 2008/099109 A1 (PARK CHEL MIN [KR]) 1 mai 2008 (2008-05-01)		
3 Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2008	Examineur Chebeleu, Alice
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

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

EP 08 29 0474

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.

24-10-2008

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2790009	A	25-08-2000	AUCUN	
JP 2000017385	A	18-01-2000	JP 3793350 B2	05-07-2006
US 2003091857	A1	15-05-2003	US 2004033386 A1	19-02-2004
EP 0796928	A	24-09-1997	DE 19610675 C1	13-02-1997
US 2003129444	A1	10-07-2003	AU 776043 B2	26-08-2004
			AU 2411802 A	11-06-2002
			CA 2398126 A1	06-06-2002
			CN 1419607 A	21-05-2003
			EP 1338667 A1	27-08-2003
			WO 0244434 A1	06-06-2002
			TW 520398 B	11-02-2003
EP 1548142	A	29-06-2005	AT 405685 T	15-09-2008
			JP 3934604 B2	20-06-2007
			JP 2005187863 A	14-07-2005
			US 2005139293 A1	30-06-2005
JP 11350038	A	21-12-1999	JP 3478128 B2	15-12-2003
US 2008099109	A1	01-05-2008	DE 102006058917 A1	08-05-2008
			JP 2008115454 A	22-05-2008
			KR 20080038753 A	07-05-2008

EPO FORM P0460

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

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

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

Documents brevets cités dans la description

- EP 1201780 A1 [0003]
- EP 0796928 A1 [0004]
- JP 11350038 B [0005]