

(19)



(11)

EP 2 616 561 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:

02.03.2016 Bulletin 2016/09

(51) Int Cl.:

C22C 38/00 (2006.01) **C22C 38/04** (2006.01)
C22C 38/44 (2006.01) **C22C 38/46** (2006.01)
C21D 1/18 (2006.01) **C21D 1/22** (2006.01)
C21D 6/00 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **11773051.5**

(22) Date de dépôt: **08.09.2011**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2011/052056

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2012/035240 (22.03.2012 Gazette 2012/12)

(54) **OPTIMISATION DE L'USINABILITE D'ACIERS MARTENSITIQUES INOXYDABLES**

OPTIMIERTE BEARBEITBARKEIT VON MARTENSITISCHEM EDELSTAHL

MARTENSITIC STAINLESS STEEL MACHINEABILITY OPTIMIZATION

(84) Etats contractants désignés:

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

• **THOISON, Pascal, Charles, Emile**
F-91540 Mennecy (FR)

(30) Priorité: **14.09.2010 FR 1057326**

(43) Date de publication de la demande:
24.07.2013 Bulletin 2013/30

(74) Mandataire: **Berbinau, Pierre Jean Marie et al**
Cabinet Beau de Loménie
158, rue de l'Université
75340 Paris Cedex 07 (FR)

(73) Titulaire: **Snecma**
75015 Paris (FR)

(56) Documents cités:
FR-A1- 2 872 825 FR-A1- 2 893 954
FR-A1- 2 920 784

(72) Inventeurs:

- **CHABOT, Jean-François, Laurent**
F-77240 Cesson (FR)
- **FERRER, Laurent**
F-77125 Lieusaint (FR)

• **Aubert&Duval: "Steel X13VD", , 1 janvier 2000**
(2000-01-01), XP002628443, Extrait de l'Internet:
URL: http://www.aubertduval.com/uploads/tx_obladystgestionproduit/X13VD_GB.pdf [extrait le
2011-03-16]

EP 2 616 561 B1

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

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable comportant les étapes de traitement thermique suivantes :

(1) On chauffe l'acier à une température supérieure à la température d'austénisation T_{AUS} de l'acier, puis on trempe l'acier jusqu'à ce que la partie la plus chaude de l'acier soit inférieure ou égale à une température maximale T_{max} , et supérieure ou égale à une température minimale T_{min} , la vitesse de refroidissement étant suffisamment rapide pour que l'austénite ne se transforme pas en structure ferrito-perlitique.

(2) On effectue un premier revenu de l'acier suivi d'un refroidissement jusqu'à ce que la partie la plus chaude de l'acier soit inférieure ou égale à la température maximale T_{max} , et supérieure ou égale à la température minimale T_{min} .

(3) On effectue un second revenu de l'acier suivi d'un refroidissement jusqu'à température ambiante T_A .

La température ambiante est égale à la température de la pièce où le procédé est réalisé.

[0002] Dans la présente invention, les pourcentages de composition sont des pourcentages massiques, à moins qu'il en soit précisé autrement.

[0003] Un acier martensitique inoxydable est un acier dont la teneur en chrome est supérieure à 10,5%, et dont la structure est essentiellement martensitique (c'est-à-dire que la quantité en éléments alphagènes est suffisamment élevée par rapport à celle des éléments gammagènes - Voir explications ci-dessous).

[0004] On part d'un demi-produit sous une forme quelconque, par exemple sous une forme de billettes ou de barres de cet acier.

[0005] Ce demi-produit est ensuite prédécoupé en sous-éléments qui sont mis en forme (par exemple par forgeage ou laminage) afin de leur conférer une forme se rapprochant de leur forme finale. Chaque sous-élément devient ainsi une pièce avec des surépaisseurs (appelée pièce à l'état brut) par rapport aux côtes dimensionnelles finales d'utilisation.

[0006] Cette pièce à l'état brut avec des surépaisseurs est destinée ensuite à être usinée afin de lui donner sa forme finale (pièce finale).

[0007] Dans le cas où les pièces finales doivent posséder une grande précision dimensionnelle (comme par exemple dans l'aéronautique), ces pièces à l'état brut doivent subir un traitement thermique (traitement thermique de qualité) avant cet usinage. Ce traitement thermique de qualité ne peut pas être effectué après cet usinage, car il conduit à des changements dimensionnels qu'il est difficile de prévoir pour des pièces de géométrie complexe.

[0008] Ce traitement thermique de qualité qui permet d'ajuster très finement les propriétés de la pièce en acier

par des transformations métallurgiques comprend six phases majeures :

(A) une austénisation, c'est-à-dire un chauffage au-dessus de la température à laquelle la microstructure de l'acier s'est transformée en austénite (température austénitique T_{AUS})

(B) suivie d'une trempe,

(C) suivie d'un premier traitement de revenu,

(D) suivi d'un refroidissement

(E) suivi d'un second traitement de revenu

(F) suivi d'un refroidissement.

[0009] La phase (A) a pour objectif d'homogénéiser la microstructure au sein de la pièce, et de remettre en solution de particules solubles à cette température par recristallisation.

[0010] La phase (B) a pour objectif premier une transformation maximale de l'austénite en martensite au sein de la pièce en acier. Cependant, les transformations de la microstructure martensitique ne se font pas simultanément en tout point de la pièce, mais graduellement de sa surface vers son cœur. Le changement de volume cristallographique qui accompagne ces transformations engendre donc des contraintes internes et, en fin de trempe (à cause des basses températures atteintes alors), limite les relaxations de ces contraintes. Le second objectif est de minimiser le risque de tapures de trempe, c'est-à-dire l'apparition de fissures en surface de la pièce de par la libération de contraintes résiduelles dans l'acier dans un état métallurgique martensitique peu tenace. Pour atteindre ces deux objectifs antinomiques, il est habituel de commencer à réchauffer la pièce par un traitement de revenu (phase (C)) lorsque sa partie la plus chaude s'est refroidie jusqu'à une température dans une fourchette avec une température maximale T_{max} et une température minimale T_{min} pour éviter les tapures. La température T_{max} est sensiblement égale à la température nominale M_F de fin de transformation martensitique de l'acier, soit de 150 à 200°C pour un acier martensitique inoxydable. La température T_{min} est de 20 à 28°C suivant la composition chimique. Il reste alors dans l'acier un taux d'austénite résiduelle qui n'aura pas pu être transformé.

[0011] La phase (C) - premier traitement de revenu - de ce traitement thermique de qualité a pour objectif d'une part une transformation de la martensite fraîche en martensite revenue (plus stable et plus tenace) et d'autre part une déstabilisation de l'austénite résiduelle issue des phases antérieures.

[0012] La phase (D) - refroidissement du premier revenu - de ce traitement thermique de qualité a pour objectif de transformer l'austénite résiduelle en martensite. La partie la plus chaude de la pièce doit être aussi refroidie jusqu'à une température dans la fourchette de températures $[T_{max} ; T_{min}]$.

[0013] La phase (E) - second traitement de revenu - de ce traitement thermique de qualité a pour objectif la

transformation de la nouvelle martensite fraîche en martensite revenue (plus stable et plus tenace) visant à atteindre le meilleur compromis dans les propriétés mécaniques de l'acier.

[0014] La phase (F) - refroidissement du second revenu - de ce traitement thermique de qualité ramène la pièce brute à température ambiante.

[0015] Les documents FR 2 920 784 et FR 2 893 954 divulguent la fabrication d'un acier inoxydable martensitique par une austénitisation suivie d'une trempe et de deux revenus.

[0016] Durant l'usinage des pièces, malgré ce traitement thermique de qualité, on observe actuellement une grande dispersion dans l'usinabilité de lots de pièces formées dans un acier résultant d'un tel procédé de fabrication. Il en découle des variations importantes dans l'usure des plaquettes d'usinage, et des variations importantes dans les puissances nécessaires à fournir par le dispositif d'usinage pour parvenir à usiner ces pièces en acier. La conséquence est une consommation trop importante, dispersée et imprévisible de plaquettes d'usinage, une perte de cadence dans l'usinage de lots de pièces, et une dispersion dans les états de surface obtenus, avec dans certains cas de moins bons états de surface usinée des pièces.

[0017] La présente invention vise à proposer un procédé de fabrication qui permette d'améliorer l'usinabilité de ces aciers.

[0018] Ce but est atteint grâce au fait que, la température maximale T_{\max} est inférieure ou égale à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des espaces interdendritiques dans l'acier, et en ce que, à la fin de chacune des étapes (1) et (2), on effectue la sous-étape suivante :

(ω) Dès que la température de la partie la plus chaude de l'acier atteint la température maximale T_{\max} , on réchauffe l'acier immédiatement.

[0019] Grâce à ces dispositions, on obtient une moindre usure des plaquettes d'usinage par unité de longueur usinée, et une moindre puissance requise pour l'usinage. L'état de surface de l'acier après usinage est également amélioré (plus faibles tailles des stries causées par la plaquette d'usinage sur la surface). Ainsi, on diminue le coût du procédé.

[0020] L'invention sera bien comprise et ses avantages apparaîtront mieux, à la lecture de la description détaillée qui suit, d'un mode de réalisation représenté à titre d'exemple non limitatif. La description se réfère aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 montre schématiquement les traitements thermiques du procédé selon l'invention,
- la figure 2 est un schéma illustrant les dendrites et les régions interdendritiques,
- la figure 3 montre schématiquement un diagramme temps-température pour un acier utilisé dans le pro-

cédé selon l'invention.

[0021] Dans le procédé selon l'invention, on part d'une pièce brute avec des surépaisseurs qui a subi une succession de traitements thermomécaniques (tels que le forgeage, le laminage) afin de lui conférer une forme la plus proche possible de sa forme finale.

[0022] Cette pièce brute est destinée ensuite à être usinée afin de lui donner sa forme finale après avoir réalisé le traitement thermique de qualité.

[0023] On chauffe la pièce brute en cet acier jusqu'à une température supérieure à la température d'austénitisation T_{AUS} , et on maintient la pièce à cette température jusqu'à ce que la totalité de la pièce soit à une température supérieure à la température d'austénitisation T_{AUS} (austénitisation de l'acier).

[0024] On effectue ensuite une trempe de l'acier suffisamment rapide pour que l'austénite ne se transforme pas en structure ferrito-perlitique (voir explications et figure 3 ci-dessous). Ainsi, la majorité du volume de la pièce en acier est susceptible de se transformer en martensite, puisque l'austénite ne peut se transformer en martensite que si elle n'a pas au préalable été transformée en structure ferrito-perlitique.

[0025] Enfin on termine par les deux revenus successifs pour affiner les propriétés de l'acier.

[0026] L'austénitisation de l'acier puis sa trempe correspondent au traitement 1 sur la figure 1.

[0027] On décrit ci-dessous différentes transformations métallurgiques susceptibles de se produire au sein d'un acier selon l'invention au cours de son refroidissement depuis la température austénitique.

[0028] En amont de la chaîne industrielle, durant les opérations d'élaboration et la réalisation du dernier lingot, l'acier se solidifie progressivement pendant son refroidissement. Cette solidification s'effectue par croissance de dendrites 10, comme illustré en figure 2. En accord avec le diagramme de phases des aciers martensitiques inoxydables, les dendrites 10, correspondant aux premiers grains solidifiés sont par définition plus riches en éléments alphagènes tandis que les régions interdendritiques 20 sont plus riches en éléments gammagènes (application de la règle connue des segments sur le diagramme de phases). Un élément alphagène est un élément qui favorise une structure de type ferritique (structures plus stables à basse température : bainite, ferrite-perlite, martensite). Un élément gammagène est un élément qui favorise une structure austénitique (structure stable à haute température : austénite). Il se produit donc une ségrégation entre dendrites 10 et régions interdendritiques 20.

[0029] La figure 3 est un diagramme température (T) - temps (t) connu pour un acier selon l'invention lorsqu'on le refroidit depuis une température supérieure à la température austénitique T_{AUS} . Les courbes D et F marquent le début et la fin de la transformation d'austénite (région A) en structure ferrito-perlitique (région FP). Cette transformation s'effectue, partiellement ou pleinement, lors-

que la courbe de refroidissement C que suit le lingot passe respectivement dans la région entre les courbes D et F ou dans la région FP. Elle ne s'effectue pas lorsque la courbe de refroidissement C se situe entièrement dans la région A, comme illustré en figure 3.

[0030] Lorsque la courbe de refroidissement C passe en dessous de la température de début de transformation martensitique en refroidissement M_S (droite M_S sur la figure 3), la majorité de l'austénite restant dans l'acier commence à se transformer en martensite. Lorsque la courbe de refroidissement passe en dessous de la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F (droite M_F sur la figure 3), la majorité de l'austénite restant dans l'acier s'est transformée en martensite, appelée martensite fraîche.

[0031] Sur la figure 3, les courbes D, F, M_S , et M_F en traits pleins sont valables pour des structures plus riches en éléments alphagènes (c'est-à-dire dans les dendrites de l'acier), tandis que les mêmes courbes en traits pointillés D', F', M_S , et M_F sont valables pour des structures plus riches en éléments gammagènes (c'est-à-dire dans les espaces interdendritiques de l'acier).

[0032] On note que les courbes de transformation d'austénite en structure ferrito-perlitique dans le cas des espaces interdendritiques (courbes D' et F') sont décalées vers la droite par rapport aux courbes de transformation d'austénite en structure ferrito-perlitique dans le cas des dendrites (courbes D et F). Il faut donc plus de temps à une température donnée pour transformer l'austénite en structure ferrito-perlitique dans le cas des espaces interdendritiques que dans le cas des dendrites.

[0033] On note que les courbes de transformation d'austénite en martensite dans le cas des espaces interdendritiques (droites M_S' , et M_F') sont décalées vers le bas par rapport aux courbes de transformation d'austénite en martensite dans le cas des dendrites (droites M_S et M_F). La transformation d'austénite en martensite s'effectue donc à des températures plus basses dans le cas des espaces interdendritiques que dans le cas des dendrites.

[0034] Dans le procédé selon l'invention, le refroidissement de l'acier durant la trempe après austénisation (traitement qui correspond à l'étape 1 en figure 1) suit la courbe C de la figure 3. Ainsi, l'acier passe en dessous de la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des espaces interdendritiques. De par le processus de refroidissement, la température de peau de la pièce est inférieure à la température au cœur de la pièce, qui est sa partie la plus chaude.

[0035] Dès que la température de la partie la plus chaude de la pièce atteint une température maximale T_{max} , qui est donc inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques, on réchauffe la pièce.

[0036] Ce réchauffement s'effectue par exemple en plaçant la pièce dans un environnement (four préchauffé ou enceinte calorifique) où règne une température au moins égale à la température maximale T_{max} .

[0037] On effectue ensuite un premier revenu de l'acier en continuant à le réchauffer jusqu'à une température T_R , qui est inférieure à la température austénitique T_{AUS} . Ce revenu permet de stabiliser la phase cristallographique martensitique fraîche en faisant par exemple précipiter des carbures au sein de la martensite et donc de conférer plus de résilience à la martensite de l'acier.

[0038] Ce premier traitement de revenu correspond à l'étape 2 en figure 1.

[0039] On refroidit ensuite l'acier jusqu'à ce que la partie la plus chaude de l'acier atteigne la température maximale T_{max} qui est inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques, puis on réchauffe immédiatement l'acier.

[0040] On fait ensuite subir immédiatement à l'acier un second traitement de revenu, sensiblement identique au premier traitement de revenu, en laissant ensuite l'acier refroidir jusqu'à température ambiante T_A .

[0041] Ce second traitement de revenu correspond à l'étape 3 en figure 1.

[0042] Les inventeurs ont réalisé des essais d'usinabilité sur des aciers martensitiques inoxydables ayant subi le procédé de l'invention. Ils ont comparé les résultats de ces essais aux résultats d'essais d'usinabilité sur des aciers ayant subi une austénisation suivie d'une trempe et de deux revenus mais où la température minimale de la partie la plus chaude de la pièce est simplement inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites, et où l'acier n'est pas immédiatement réchauffé entre la trempe et le premier revenu, ou entre le premier revenu et le second revenu.

[0043] La composition des aciers Z12CNDV12 est la suivante (norme DMD0242-20 indice E) :

C (0,10 à 0,17%) - Si (<0,30%) - Mn (0,5 à 0,9%) - Cr (11 à 12,5%) - Ni (2 à 3%) - Mo (1,50 à 2,00%) - V (0,25 à 0,40%) - N_2 (0,010 à 0,050%) - Cu (<0,5%) - S (<0,015%) - P (<0,025%) et satisfaisant le critère $4,5 \leq (Cr - 40 \times C - 2 \times Mn - 4 \times Ni + 6 \times Si + 4 \times Mo + 11 \times V - 30 \times N) < 9$.

[0044] Les inventeurs ont constaté qu'avec un acier fabriqué selon le procédé de l'invention, l'usure des plaquettes d'usinage par mètre d'acier usinée est divisée par environ 10 (passage de 11 mm à 1,3 mm) pour une vitesse de coupe de 120 m/min comparé à un acier fabriqué selon un procédé de l'art antérieur. La puissance requise pour l'usinage est en outre divisée par plus de deux comparé à un acier fabriqué selon un procédé de l'art antérieur. L'état de surface de l'acier après usinage est également amélioré.

[0045] En particulier, avec une température maximale T_{max} comprise entre 28°C et 35°C, l'usure des plaquettes d'usinage par unité de longueur d'acier usinée est divisée par 15, et la puissance requise pour l'usinage divisée par 2,5. Une température maximale T_{max} comprise entre

20°C et 75°C donne aussi de bons résultats.

[0046] Lorsque la température maximale T_{\max} est au delà de 90°C (et jusqu'à 180°C) les résultats en usinage sont les plus mauvais.

[0047] On retrouve des résultats moyens (intermédiaires entre bons et mauvais) lorsqu'on réchauffe l'acier dès que la partie la plus chaude de la pièce atteint une température au delà de 180°C (et jusqu'à 300°C).

[0048] Selon les inventeurs, les résultats peuvent s'expliquer de la façon suivante : comme indiqué ci-dessus, la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des régions interdendritiques est inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites. Or on a vu que lors du refroidissement de l'acier, cet acier se solidifie en une microstructure qui est une alternance de dendrites et de régions interdendritiques (figure 2). Ainsi, lorsque la température descend en dessous de la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites, les dendrites ont fini de se transformer en martensite, alors que les régions interdendritiques n'ont pas encore fini de se transformer en martensite. Donc, si l'on réchauffe l'acier dès qu'il a atteint la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites, des zones dans tout l'acier (à savoir les régions interdendritiques) contiennent de l'austénite résiduelle. Une partie de cette austénite résiduelle se transformera lors de l'étape du premier revenu suivant en martensite fraîche. L'autre partie de cette austénite résiduelle sera localisée uniquement au niveau des points les plus ségrégués de la matière (par exemple, au niveau des espaces interdendritiques les plus concentrés).

[0049] Au cours du second revenu, la nouvelle martensite fraîche se stabilise mais une autre partie du restant de l'austénite résiduelle continue à se transformer en martensitique fraîche dans ces endroits les plus ségrégués. L'acier présente donc une hétérogénéité de structure avec des grains plus durs correspondant à la martensite fraîche dans une matrice plus douce. C'est cette hétérogénéité qui est responsable de la mauvaise usinabilité de l'acier, les grains plus durs usant les plaquettes et bloquant leur avance.

[0050] A l'inverse, si l'on réchauffe l'acier dès que la partie la plus chaude de la pièce atteint une température élevée (comprise entre 180°C et 300°C), on conserve de l'austénite résiduelle, qui donne au final un comportement moyen lors de l'usinage ultérieur.

[0051] On comprend donc pourquoi le refroidissement de l'acier jusqu'à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des régions interdendritiques, puis le réchauffement immédiat de l'acier dès qu'il a atteint cette température M_F , permettent d'obtenir une microstructure plus homogène au sein de l'acier.

[0052] Par exemple, la température maximale T_{\max} qu'atteint la partie la plus chaude de l'acier avant d'être réchauffée est comprise entre 20°C et 75°C. Une telle

température T_m est inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques.

[0053] Par exemple, cette température maximale T_{\max} est comprise entre 28°C et 35°C.

[0054] Afin de déterminer quand la partie la plus chaude de l'acier atteint la température maximale T_{\max} , on peut par exemple, à l'étape (ω), mesurer la température de peau de l'acier et utiliser des abaques pour en déduire la température de la partie la plus chaude de l'acier.

[0055] Par ailleurs, il est avantageux que le gradient de température entre la surface de l'acier et la partie la plus chaude de l'acier soit le plus faible possible, afin de réduire l'écart entre la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites et la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques. En effet, en réduisant cet écart, les contraintes au sein de la pièce sont alors moindres, et on gagne en productivité.

[0056] Ainsi, avantageusement, dans chacune des étapes (1) et (2), on effectue la sous-étape suivante avant la sous-étape (ω):

(ψ) Dès que la température de la partie la plus chaude de l'acier atteint une température seuil T_s inférieure à la température de début de transformation martensitique en refroidissement M_S des dendrites dans ledit acier, et supérieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques, on maintient l'acier dans un environnement où règne sensiblement une température comprise entre la température minimale T_{\min} et la température M_F' pendant une durée seuil d_s de façon à réduire le gradient de température entre la surface de l'acier et la partie la plus chaude de l'acier.

[0057] La durée seuil d_s dépend de la géométrie de la pièce. La durée d_s est au minimum de 15 minutes (min) pour une dimension minimale de la pièce de 50 mm, de 30 min pour une dimension minimale de la pièce de 100 mm, de 45 min pour une dimension minimale de la pièce de 150 mm, et ainsi de suite. Pour une dimension minimale de la pièce comprise entre ces valeurs, on peut par exemple en déduire la durée d_s par extrapolation avec la formule : $d_s = (15 \text{ min}) \times \{\text{dimension minimale (en mm)}\}/50$.

[0058] Pour maintenir l'acier dans un environnement où règne sensiblement la température comprise entre la température minimale T_{\min} et la température M_F' , on peut par exemple placer l'acier dans un four où règne une température comprise entre T_{\min} et M_F' .

[0059] Alternativement, on peut isoler thermiquement l'acier de l'environnement extérieur, par exemple en le plaçant dans une couverture.

[0060] Avantageusement, après le second revenu, on effectue au moins une détente de l'acier à une tempéra-

ture inférieure aux températures de revenu T_R auxquelles le premier revenu et le second revenu ont été effectués.

[0061] Cette détente correspond à l'étape 4 en figure 1. Elle permet la relaxation de contraintes résiduelles au sein de l'acier, et en améliore la durée de vie.

[0062] Afin d'améliorer la tenue en fatigue des aciers selon l'invention, on cherche à augmenter la propreté inclusionnaire de l'acier, c'est-à-dire à diminuer la quantité d'inclusions indésirables (certaines phases alliées, oxydes, carbures, composés intermétalliques) présentes dans l'acier. En effet, ces inclusions agissent comme des sites d'amorces de fissures qui conduisent, sous sollicitation cyclique, à une ruine prématurée de l'acier.

[0063] On connaît des procédés pour améliorer la propreté inclusionnaire, notamment un procédé de refusion tel que la refusion sous laitier ou ESR (Electro Slag Refusion), ou la refusion par arc sous vide ou VAR (Vacuum Arc Remelting). Ces procédés sont connus, et seul leur fonctionnement global est rappelé ci-après.

[0064] Le procédé ESR consiste à placer un lingot en acier dans un creuset dans lequel on a versé un laitier (mélange minéral, par exemple chaux, fluorures, magnésie, alumine, spath) de telle sorte que l'extrémité inférieure du lingot trempe dans le laitier. Puis on fait passer un courant électrique dans le lingot, qui sert d'électrode. Ce courant liquéfie le laitier et fait fondre l'extrémité inférieure de cette électrode qui est en contact avec le laitier. L'acier fondu de cette électrode traverse le laitier sous forme de fines gouttelettes, pour se solidifier en dessous de la couche de laitier qui surnage, en un nouveau lingot qui croît ainsi progressivement. Le laitier agit, entre autres comme un filtre qui extrait les inclusions des gouttelettes d'acier, de telle sorte que l'acier de ce nouveau lingot situé en dessous de la couche de laitier contient moins d'inclusions que le lingot initial (électrode). Cette opération s'effectue à la pression atmosphérique et à l'air.

[0065] Le procédé VAR consiste à fondre dans un creuset sous un vide poussé le lingot d'acier, qui sert d'électrode. Le lingot/électrode est fondu par l'établissement d'un arc électrique entre l'extrémité du lingot/électrode et le sommet du lingot secondaire qui se forme par fusion du lingot/électrode. Le lingot secondaire se solidifie au contact des parois du creuset et les inclusions flottent à la surface du lingot secondaire, et peuvent ultérieurement être éliminées. On obtient donc un lingot secondaire d'une plus grande pureté que le lingot/électrode initial.

[0066] Avantagusement, l'acier subit, avant l'étape (1), une refusion.

[0067] Par exemple la refusion est choisie dans un groupe comprenant la refusion sous laitier ESR ou la refusion par arc sous vide VAR.

[0068] Avantagusement, avant l'étape (1), on effectue un traitement d'homogénéisation de l'acier.

[0069] En effet, lors de cette homogénéisation, il se produit une diffusion des éléments d'alliage des zones à

forte concentration vers les zones à faible concentration. On permet alors une réduction de l'intensité des ségrégations en éléments alphagènes dans les dendrites 10, et une réduction de l'intensité des ségrégations en éléments gammagènes dans les régions interdendritiques 20. La réduction de l'intensité des ségrégations en ces éléments gammagènes a notamment pour conséquence un rapprochement de la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites et de la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques, ainsi qu'une moindre différence structurale entre les dendrites 10 et les régions interdendritiques 20.

[0070] En ce qui concerne les particularités du traitement d'homogénéisation, les inventeurs ont trouvé que des résultats satisfaisants sont obtenus lorsque le lingot est soumis dans ce four à un traitement d'homogénéisation pendant un temps de maintien t après que la température du point le plus froid de ce lingot a atteint une température d'homogénéisation T , ce temps t étant égal à au moins une heure, et la température d'homogénéisation T variant entre une température inférieure T_{inf} et la température de brûlure de cet acier.

[0071] La température T_{inf} est environ égale à 900°C. La température de brûlure d'un acier est définie comme la température à l'état brut de solidification à laquelle les joints de grains dans l'acier se transforment (voire se liquéfient), et est supérieure à T_{inf} . Ce temps t de maintien de l'acier dans le four varie donc inversement à cette température d'homogénéisation T .

[0072] Par exemple, dans le cas d'un acier martensitique inoxydable Z12CNDV12 (norme AFNOR) utilisé par les inventeurs dans les essais, la température d'homogénéisation T est 950°C, et le temps de maintien t correspondant est égal à 70 heures. Lorsque la température d'homogénéisation T est de 1250°C qui est légèrement inférieure à la température de brûlure, alors le temps de maintien t correspondant est égal à 10 heures.

[0073] Selon un autre mode de réalisation de l'invention, il est possible, afin d'améliorer l'usinabilité des aciers martensitiques inoxydables, d'effectuer un traitement d'homogénéisation de l'acier tel que décrit ci-dessus, puis d'effectuer les étapes (1), (2) et (3) selon l'art antérieur sans effectuer la sous-étape (ω). Dans ce mode de réalisation, la température maximale T_{max} est inférieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F des dendrites dans l'acier, et, dans les étapes (1) et (2) on fait en sorte que l'acier reste à une température égale ou inférieure à la température maximale T_{max} pendant un temps le plus court possible.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable comportant les étapes de traitement thermique suivantes :

(1) On chauffe l'acier à une température supérieure à la température d'austénisation T_{AUS} de l'acier, puis on trempe l'acier jusqu'à ce que la partie la plus chaude de l'acier soit inférieure ou égale à une température maximale T_{max} , et supérieure ou égale à une température minimale T_{min} , la vitesse de refroidissement étant suffisamment rapide pour que l'austénite ne se transforme pas en structure ferrito-perlitique.

(2) On effectue un premier revenu de l'acier suivi d'un refroidissement jusqu'à ce que la partie la plus chaude de la l'acier soit inférieure ou égale à ladite température maximale T_{max} , et supérieure ou égale à ladite température minimale T_{min} .

(3) On effectue un second revenu de l'acier suivi d'un refroidissement jusqu'à température ambiante T_A .

ledit procédé étant **caractérisé en ce que** ladite température maximale T_{max} est inférieure ou égale à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques dans ledit acier, et **en ce que**, à la fin de chacune des étapes (1) et (2), on effectue la sous-étape suivante :

(ω) Dès que la température de la partie la plus chaude de l'acier atteint ladite température maximale T_{max} , on réchauffe l'acier immédiatement.

2. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** ladite température maximale T_{max} est comprise entre 20°C et 75°C.

3. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** ladite température maximale T_{max} est comprise ou égale entre 28 et 35°C.

4. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 **caractérisé en ce que**, à l'étape (ω), on mesure la température de peau de l'acier et on utilise des abaques pour en déduire la température de la partie la plus chaude de l'acier.

5. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 **caractérisé en ce qu'**après l'étape (3) on effectue au moins une détente dudit acier à une température inférieure aux températures de revenu auxquelles le premier revenu de l'étape (2) et le second revenu de l'étape (3) ont été effectués.

6. Procédé de fabrication d'un acier martensitique

inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que**, dans chacune des étapes (1) et (2), on effectue la sous-étape suivante avant la sous-étape (w) :

(ψ) Dès que la température de la partie la plus chaude de l'acier atteint une température seuil T_s inférieure à la température de début de transformation martensitique en refroidissement M_S des dendrites dans ledit acier, et supérieure à la température de fin de transformation martensitique en refroidissement M_F' des espaces interdendritiques, on maintient l'acier dans un environnement où règne sensiblement une température comprise entre ladite température minimale T_{min} et ladite température M_F' pendant une durée seuil d_s de façon à réduire le gradient de température entre la surface de l'acier et la partie la plus chaude de l'acier.

7. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon la revendication 6 **caractérisé en ce que**, à l'étape (ψ), on place l'acier dans un four où règne une température comprise entre ladite température minimale T_{min} et ladite température M_F' .

8. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 **caractérisé en ce que**, avant l'étape (1), on effectue une refusion dudit acier.

9. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 **caractérisé en ce qu'**avant l'étape (1), on effectue un traitement d'homogénéisation dudit acier.

10. Procédé de fabrication d'un acier martensitique inoxydable selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** la composition dudit acier est C (0,10 à 0,17%) - Si (<0,3%) - Mn (0,5 à 0,9%) - Cr (11 à 12,5%) - Ni (2 à 3%) - Mo (1,5 à 2%) - V (0,25 à 0,4%) - N_2 (0,01 à 0,05%) - Cu (<0,5%) - S (<0,015%) - P (<0,025%), le critère $4,5 \leq (Cr - 40 \times C - 2 \times Mn - 4 \times Ni + 6 \times Si + 4 \times Mo + 11 \times V - 30 \times N) < 9$ étant satisfait.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls, umfassend die folgenden Wärmebehandlungsschritte:

(1) Der Stahl wird auf eine Temperatur oberhalb der Austenitisierungstemperatur T_{AUS} des Stahls erhitzt, anschließend wird der Stahl abgeschreckt, bis der heißeste Teil des Stahls un-

terhalb oder gleich einer Maximaltemperatur T_{\max} und oberhalb oder gleich einer Minimaltemperatur T_{\min} ist, wobei die Abkühlgeschwindigkeit schnell genug ist, damit sich der Austenit nicht in ferritisch-perlitische Struktur umwandelt.

(2) Es wird ein erstes Anlassen des Stahls durchgeführt, an das sich ein Abkühlen anschließt, bis der heißeste Teil des Stahls unterhalb oder gleich der Maximaltemperatur T_{\max} und oberhalb oder gleich der Minimaltemperatur T_{\min} ist.

(3) Es wird ein zweites Anlassen des Stahls durchgeführt, an das sich ein Abkühlen bis auf Umgebungstemperatur T_A anschließt,

wobei das Verfahren **dadurch gekennzeichnet ist, dass** die Maximaltemperatur T_{\max} geringer als die oder gleich der Temperatur des Endes der Martensitumwandlung bei Abkühlen M_F der interdendritischen Räume in dem Stahl ist, und dass am Ende eines jeden der Schritte (1) und (2) der folgende Teilschritt durchgeführt wird:

(w) Sobald die Temperatur des heißesten Teils des Stahls die Maximaltemperatur T_{\max} erreicht, wird der Stahl unverzüglich wieder erhitzt.

2. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Maximaltemperatur T_{\max} zwischen 20 °C und 75 °C liegt.
3. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Maximaltemperatur T_{\max} zwischen oder gleich 28 und 35 °C liegt bzw. ist.
4. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei Schritt (w) die Hauttemperatur des Stahls gemessen wird und Diagramme verwendet werden, um daraus die Temperatur des heißesten Teils des Stahls abzuleiten.
5. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** nach Schritt (3) wenigstens eine Entspannung des Stahls auf eine Temperatur unterhalb der Anlasstemperaturen, bei denen das erste Anlassen des Schrittes (2) und das zweite Anlassen des Schrittes (3) durchgeführt worden sind, vollzogen wird.
6. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei jedem der

Schritte (1) und (2) der folgende Teilschritt vor dem Teilschritt (w) durchgeführt wird.

(ψ) Sobald die Temperatur des heißesten Teils des Stahls eine Schwellentemperatur T_s unterhalb der Temperatur des Beginns der Martensitumwandlung bei Abkühlung M_s der Dendriten im Stahl und oberhalb der Temperatur des Endes der Martensitumwandlung bei Abkühlung M_F der interdendritischen Räume erreicht, wird der Stahl für eine Schwelldauer d_s in einer Umgebung, in der im Wesentlichen eine Temperatur zwischen der Minimaltemperatur T_{\min} und der Temperatur M_F herrscht, gehalten, um den Temperaturgradienten zwischen der Oberfläche des Stahls und dem heißesten Teil des Stahls zu reduzieren.

7. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** bei Schritt (ψ) der Stahl in einem Ofen platziert wird, in dem eine Temperatur zwischen der Minimaltemperatur T_{\min} und der Temperatur M_F herrscht.
8. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** vor Schritt (1) ein Umschmelzen des Stahls vollzogen wird.
9. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** vor Schritt (1) eine Behandlung zum Homogenisieren des Stahls durchgeführt wird.
10. Verfahren zur Herstellung eines rostfreien, martensitischen Stahls nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Zusammensetzung des Stahls C (0,10 bis 0,17 %) - Si (<0,3 %) - Mn (0,5 bis 0,9 %) - Cr (11 bis 12,5 %) - Ni (2 bis 3 %) - Mo (1,5 bis 2 %) - V (0,25 bis 0,4 %) - N₂ (0,01 bis 0,05 %) - Cu (<0,5 %) - S (<0,015 %) - P (<0,025 %) ist, wobei das Kriterium $4,5 \leq (Cr - 40xC - 2xMn - 4xNi + 6xSi + 4xMo + 11xV - 30xN) < 9$ erfüllt ist.

Claims

1. A method of fabricating a martensitic stainless steel including the following heat treatment steps:

(1) heating the steel to a temperature higher than the austenizing temperature T_{AUS} of the steel, then quenching the steel until the hottest portion of the steel is at a temperature less than or equal to a maximum temperature T_{\max} , and greater than or equal to a minimum temperature T_{\min} , the rate of cooling being sufficiently fast for the austenite not to transform into a ferrite-perlitic

structure;

(2) performing a first anneal on the steel followed by cooling until the hottest portion of the steel is at a temperature less than or equal to said maximum temperature T_{\max} and greater than or equal to said minimum temperature T_{\min} ; and
(3) performing a second anneal of the steel followed by cooling to ambient temperature T_A ;

said method being **characterized in that** said maximum temperature T_{\max} is less than or equal to the temperature M_F' for the end of martensitic transformation on cooling of inter-dendritic spaces in said steel, and **in that**, at the end of each of the steps (1) and (2), the following substep is performed:

(ω) as soon as the temperature of the hottest portion of the steel reaches said maximum temperature T_{\max} , the steel is immediately heated once more.

2. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to claim 1, **characterized in that** said maximum temperature T_{\max} lies in the range 20°C to 75°C.
3. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to claim 2, **characterized in that** said maximum temperature T_{\max} lies in the range or equals 28°C to 35°C.
4. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 3, **characterized in that**, in step (ω), the temperature of the skin of the steel is measured and charts are used to deduce therefrom the temperature of the hottest portion of the steel.
5. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** after step (3), said steel is subjected to relaxation at least once at a temperature lower than the annealing temperatures at which the first anneal of step (2) and the second anneal of step (3) were performed.
6. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 5, **characterized in that**, in each of steps (1) and (2), the following substep is performed before the substep (ω):

(ψ) as soon as the temperature of the hottest portion of the steel reaches a threshold temperature T_s lower than the temperature M_S for the start of martensitic transformation on cooling of dendrites in said steel, and higher than the temperature M_F' for the end of martensitic transformation on cooling of inter-dendritic spaces, the

steel is maintained in an environment in which there substantially exists a temperature lying between the minimum temperature T_{\min} and the temperature M_F' for a threshold duration d_s so as to reduce the temperature gradient between the surface of the steel and the hottest portion of the steel.

7. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to claim 6, **characterized in that**, in step (ψ), the steel is placed in an oven in which there exists a temperature lying in the range said minimum temperature T_{\min} to said temperature M_F' .
8. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 7, **characterized in that** prior to step (1), said steel is subjected to remelting.
9. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 8, **characterized in that** prior to step (1), homogenization treatment is performed on said steel.
10. A method of fabricating a martensitic stainless steel according to any one of claims 1 to 9, **characterized in that** the composition of said steel is C (0.10% to 0.17%) - Si (<0.3%) - Mn (0.5% to 0.9%) - Cr (11% to 12.5%) - Ni (2% to 3%) - Mo (1.5% to 2%) - V (0.25% to 0.4%) - N_2 (0.01% to 0.05%) - Cu (<0.5%) - S (<0.0150) - P (<0.025%), and satisfying the following criterion: $4.5 \leq (Cr - 40xC - 2 \times Mn - 4xNi + 6xSi + 4 \times Mo + 11 \times V - 30xN) < 9$

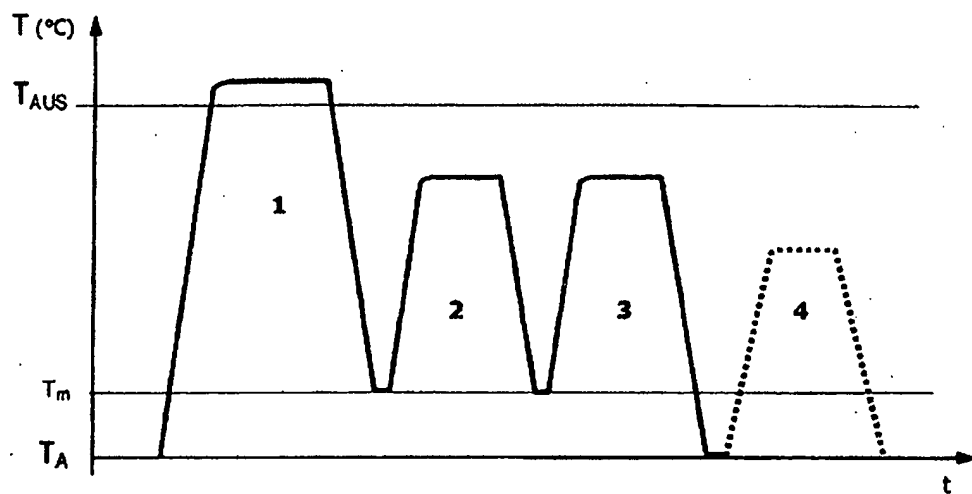


FIG.1

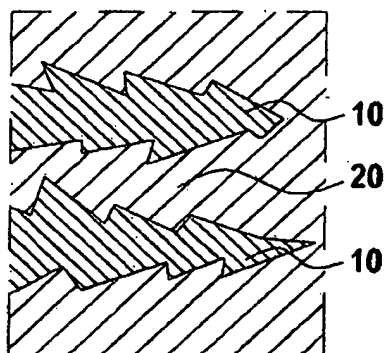


FIG.2

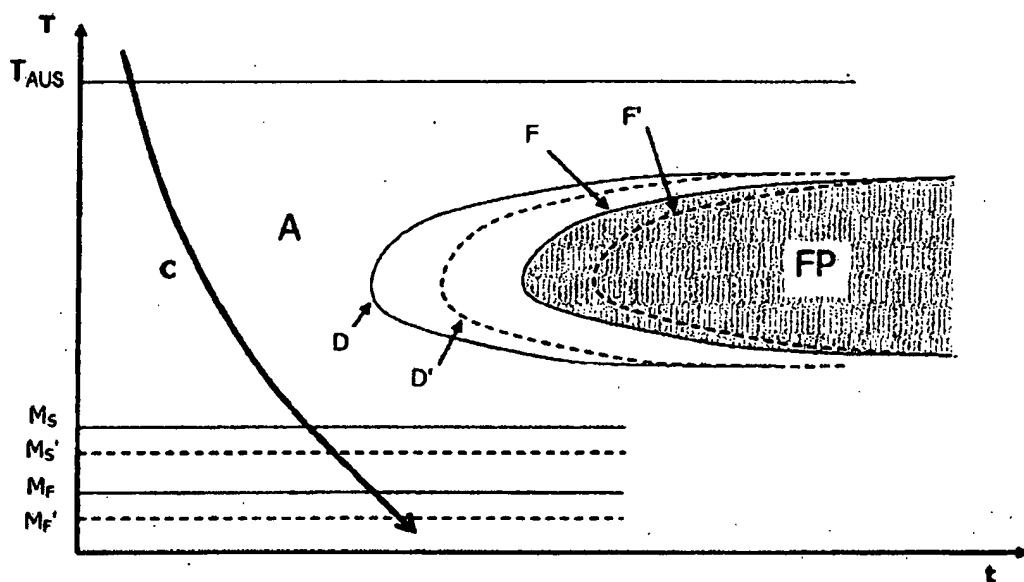


FIG.3

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

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

Documents brevets cités dans la description

- FR 2920784 [0015]
- FR 2893954 [0015]