



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
29.11.2017 Bulletin 2017/48

(51) Int Cl.:
C21D 6/00 (2006.01) **C21D 6/02** (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01) **C22C 38/18** (2006.01)
C22C 38/22 (2006.01) **C22C 38/38** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **16171672.5**

(22) Date de dépôt: **27.05.2016**

(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**
Etats d'extension désignés:
BA ME
Etats de validation désignés:
MA MD

(71) Demandeur: **The Swatch Group Research and
Development Ltd.**
2074 Marin (CH)

(72) Inventeurs:
• **Porret, Joël**
Neuchâtel 2000 (CH)
• **Charbon, Christian**
2054 Chézard-St-Martin (CH)
• **Fays, Vincent**
2034 Peseux (CH)

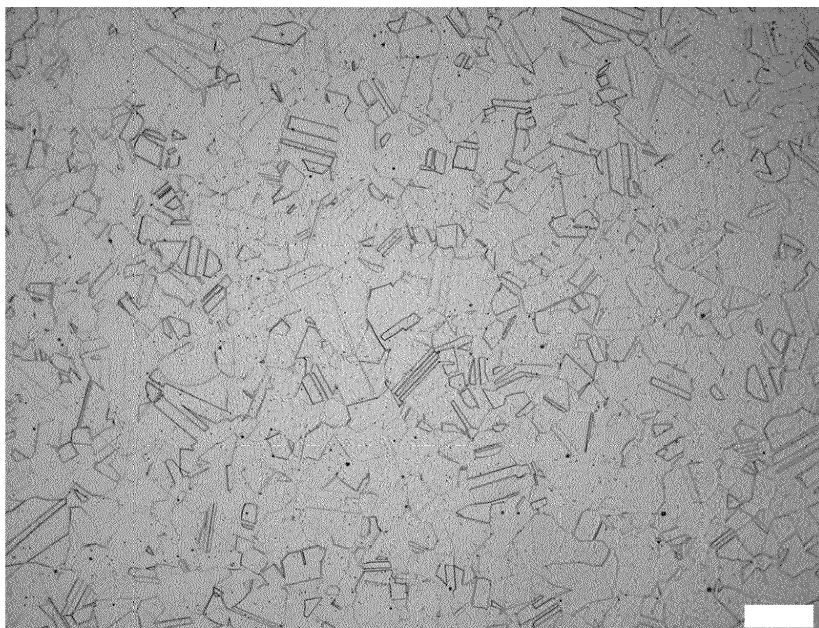
(74) Mandataire: **Supper, Marc et al**
ICB
Ingénieurs Conseils en Brevets SA
Faubourg de l'Hôpital 3
2001 Neuchâtel (CH)

(54) **PROCÉDÉ DE TRAITEMENT THERMIQUE D'ACIERS AUSTÉNITIQUES ET ACIERS
AUSTÉNITIQUES AINSI OBTENUS**

(57) L'invention concerne un procédé de traitement thermique d'aciers austénitiques HNS ou HIS qui consiste à soumettre les aciers austénitiques HNS et HIS à un traitement thermique dont la durée et la température sont telles qu'il place ces aciers austénitiques HNS et HIS dans des conditions qui permettent l'apparition de précipités tels que des nitrures, des carbures ou des car-

bonitrures de molybdène ou de chrome. La présence de tels précipités, généralement peu liés à la matrice du matériau, favorise la formation et l'enlèvement des copeaux lors de l'usinage des pièces. L'invention concerne également des aciers austénitiques HNS ou HIS comprenant des précipités dans leur matrice.

Fig. 4



Description

Domaine technique de l'invention

[0001] La présente invention concerne un procédé de traitement thermique d'aciers austénitiques ainsi que les aciers austénitiques obtenus par la mise en oeuvre de ce procédé de traitement thermique. Plus précisément, la présente invention s'intéresse aux aciers austénitiques alliés à l'azote bien connus sous leur dénomination anglo-saxonne Austenitic High Nitrogen Steel ou aciers austénitiques HNS. L'invention s'intéresse également aux aciers austénitiques à fortes concentrations en atomes interstitiels, mieux connus sous leur dénomination anglo-saxonne Austenitic High Interstitial Steel ou aciers austénitiques HIS.

Arrière-plan technologique de l'invention

[0002] Les aciers austénitiques alliés à l'azote que, pour plus de commodité, nous appellerons par la suite aciers austénitiques HNS, et les aciers austénitiques à fortes concentrations en atomes interstitiels qui seront appelés ci-après aciers austénitiques HIS présentent des propriétés de dureté, de résistance à la corrosion et hypoallergéniques qui les rendent très intéressants notamment pour des applications dans le domaine de l'horlogerie et de la bijouterie, à la fois pour la fabrication d'éléments d'habillage destinés à venir en contact avec la peau en raison de leur très faible concentration en nickel, et pour la fabrication de composants de mouvements horlogers car ils sont très durs, notamment après écrouissage.

[0003] Les aciers austénitiques HNS renferment des atomes interstitiels d'azote en concentrations élevées qui peuvent s'étendre jusqu'à 1,5% en poids en fonction de la composition et de la mise en oeuvre de l'alliage. Les aciers austénitiques HIS, directement dérivés des aciers austénitiques HNS, renferment quant à eux des quantités importantes d'atomes interstitiels de carbone en plus des atomes interstitiels d'azote.

[0004] Comme mentionné ci-dessus, certains aciers austénitiques HNS et HIS présentent notamment d'intéressantes propriétés hypoallergéniques en raison de leur très faible teneur en nickel et de leur résistance à la corrosion. Cependant, les aciers austénitiques HNS et HIS sont très difficiles à usiner, notamment car ils présentent une limite élastique, un taux d'écrouissage et une ductilité très élevés. Des essais montrent, par exemple, que les opérations d'usinage sont deux à trois fois plus longues que pour l'acier 1.4435 et l'usure des outils d'usinage est très importante. L'usinage de ces aciers austénitiques HNS et HIS qui, par bien des aspects, se rapproche de l'usinage du titane, est donc long, difficile et coûteux et constitue le principal frein à l'utilisation de ces aciers notamment dans le domaine de l'horlogerie et de la bijouterie.

[0005] Il existait donc dans l'état de la technique un

besoin pour des aciers austénitiques HNS et HIS qui soient plus facilement usinables tout en conservant leurs propriétés de biocompatibilité, de dureté et de résistance à la corrosion.

Résumé de l'invention

[0006] La présente invention a pour objet un procédé de traitement thermique d'aciers austénitiques de type HNS et HIS dont le but est de rendre de tels aciers austénitiques plus facilement usinables.

[0007] A cet effet, et selon une première variante, la présente invention concerne un procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS qui consiste à effectuer un refroidissement lent de cet acier austénitique HNS ou HIS immédiatement après son austénitisation ou son frittage, de façon à faire apparaître des précipités.

[0008] Par refroidissement lent, on entend un refroidissement qui, après austénitisation ou frittage, favorise l'apparition de précipités dans la microstructure des aciers austénitiques HNS et HIS ainsi traités, par opposition au traitement thermique classique de trempe qui consiste à refroidir rapidement les aciers HNS et HIS après austénitisation ou frittage afin d'éviter la formation de précipités.

[0009] En préconisant de soumettre, immédiatement après austénitisation ou frittage, les aciers austénitiques HNS et HIS à un traitement thermique de refroidissement lent pour favoriser l'apparition de précipités, la présente invention va totalement à l'encontre de la pratique habituelle qui consiste à refroidir les alliages le plus rapidement possible afin d'éviter le plus possible la formation de précipités dans les aciers austénitiques HNS et HIS résultants.

[0010] La Demanderesse a effectivement constaté qu'en soumettant les aciers austénitiques HNS et HIS au procédé de traitement thermique selon l'invention, les atomes d'azote et de carbone par exemple ont tendance à migrer vers les joints de grains et à se combiner assez facilement avec des atomes de chrome ou de molybdène pour former des précipités du type nitrures, carbures ou bien encore carbonitrures de chrome/molybdène. Or, ces précipités ont une très faible adhérence avec la matrice, de sorte qu'ils rendent les copeaux cassants et facilitent les opérations d'usinage.

[0011] On notera que, selon un avantage important, le procédé de traitement thermique conforme à la présente invention s'applique aussi bien à des pièces obtenues par coulée et traitement thermomécanique subséquent, qu'à des pièces obtenues par la métallurgie des poudres telle que le moulage par injection de métal encore connu sous sa dénomination anglo-saxonne Metal Injection Moulding ou MIM. En effet, immédiatement après frittage de l'alliage à sa température d'austénitisation afin d'obtenir un acier austénitique de type HNS ou HIS, il est possible de refroidir lentement l'alliage afin de favoriser la formation de précipités conformément aux enseigne-

ments de la présente invention.

[0012] Selon une deuxième variante, la présente invention concerne un procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS qui consiste à soumettre cet acier austénitique HNS ou HIS à un refroidissement depuis la température d'austénitisation ou de frittage, puis à interrompre le refroidissement de l'acier austénitique HNS ou HIS lorsque la température a atteint une valeur à laquelle peuvent apparaître des précipités, et à maintenir cet acier à cette température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités, puis enfin à ramener l'acier à température ambiante.

[0013] Selon une troisième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention, après que l'acier austénitique HNS ou HIS a subi un traitement thermique d'austénitisation ou de frittage puis de trempe, on chauffe l'acier austénitique HNS ou HIS à une température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités.

[0014] Cette troisième variante est la plus pratique car elle permet de pouvoir parfaitement maîtriser les paramètres des différents traitements thermiques.

[0015] Selon une caractéristique complémentaire qui peut être commune aux trois variantes de mise en oeuvre du procédé de l'invention, les précipités sont remis en solution après usinage en portant à nouveau l'acier austénitique HNS ou HIS à sa température de recuit, puis en le refroidissant suffisamment rapidement pour éviter de former à nouveau des précipités.

[0016] Cette caractéristique se révèle très avantageuse car elle permet, lorsque cela est souhaité, de faire disparaître après usinage des pièces les précipités qui ont été créés grâce au procédé de traitement thermique selon l'invention. Dans le cas particulier des pièces d'horlogerie, on pourra mettre cette possibilité à profit pour faire disparaître les précipités dans les éléments d'habillage (carrures, fonds de boîtes de montres, lunettes, couronnes, poussoirs, fermoirs, maillons de bracelets etc.) afin de rendre la matière la plus homogène possible et d'éliminer les contraintes résiduelles. Les aciers résultants auront ainsi une meilleure résistance à la corrosion et une plus grande ductilité. Au contraire, dans le cas des composants d'horlogerie (roues dentées, pignons, échappements etc.), on préférera ne pas soumettre ces composants d'horlogerie à un second traitement thermique d'austénitisation, ceci afin de préserver la dureté obtenue par déformation à froid.

[0017] Les première, deuxième et troisième variantes de mise en oeuvre du procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon l'invention sont donc plus particulièrement destinées à l'obtention d'éléments d'habillage pour des pièces d'horlogerie, car elles favorisent la résistance à la corrosion de ces aciers. Ces trois premières variantes ont en commun qu'après application du traitement thermique selon l'invention à un acier austénitique HNS ou HIS et usinage subséquent, on peut en effet amener la pièce résultante à la température de recuit, puis tremper cette dernière afin de remettre les précipités en solution.

[0018] Selon une quatrième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, on porte un acier austénitique HNS ou HIS à sa température de recuit, autrement dit à sa température d'austénitisation, puis on le refroidit rapidement (trempe) de façon à ce qu'aucun précipité ne se forme, on le déforme à froid puis on amène cet acier austénitique HNS ou HIS à une température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités.

[0019] Grâce à ces caractéristiques, la dureté de l'acier austénitique HNS ou HIS obtenue après austénitisation et déformation à froid est très peu affectée par le traitement de précipitation selon l'invention effectué ultérieurement. Par contre, l'usinabilité de tels aciers est sensiblement améliorée.

[0020] Selon une caractéristique complémentaire qui peut être commune aux trois variantes de mise en oeuvre du procédé de l'invention, l'acier austénitique HNS ou HIS est déformé à froid après que l'on a ramené cet acier à température ambiante.

Brève description des figures

[0021] D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront plus clairement de la description détaillée qui suit d'un exemple de mise en oeuvre du procédé de traitement thermique d'aciers austénitiques HNS et HIS conforme à la présente invention, cet exemple étant donné à titre purement illustratif et non limitatif seulement en liaison avec le dessin annexé sur lequel :

- la figure 1 est un diagramme schématique temps-température-transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la première variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention ;
- la figure 2 est un diagramme schématique temps-température-transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la deuxième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention ;
- la figure 3 est un diagramme schématique temps-température-transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la troisième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention ;
- la figure 4 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier HIS X20CrMnMoN17-11-3 qui a été recuit à sa température d'austénitisation puis trempé et qui ne présente pas de précipités ;
- la figure 5 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ayant subi un traitement thermique conforme à la troisième variante de mise en

oeuvre du procédé selon l'invention ;

- la figure 6 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ayant subi un traitement thermique conforme à la quatrième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention ;
- la figure 7 est un graphe qui montre l'évolution de la dureté de l'échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 de la figure 6 en fonction de la température à laquelle cet acier est porté pour former les précipités.
- la figure 8 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ayant subi un écrouissage plus important que l'échantillon d'acier austénitique de la figure 6 avant un traitement thermique conforme à la quatrième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, et
- la figure 9 est un graphe qui montre l'évolution de la dureté de l'échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 de la figure 8 en fonction de la température à laquelle cet acier est porté pour former les précipités.

Description détaillée d'un mode de réalisation de l'invention

[0022] La présente invention procède de l'idée générale inventive qui consiste à soumettre les aciers austénitiques HNS et HIS à un traitement thermique de précipitation. Au sens de l'invention, on entend par traitement thermique de précipitation un traitement qui vise à placer ces aciers austénitiques HNS et HIS pendant une certaine durée dans des conditions de température qui permettent l'apparition de précipités tels que des nitrures, des carbures ou des carbonitrures, notamment de molybdène et/ou de chrome. On a en effet observé que ces précipités sont généralement peu liés à la matrice du matériau, de sorte qu'ils favorisent la formation et l'enlèvement des copeaux lors de l'usinage des pièces. En outre, selon un aspect complémentaire de l'invention, il est possible, après traitement thermique de précipitation et usinage des pièces, de soumettre ces pièces à un second traitement d'austénitisation en portant à nouveau ces pièces à leur température de recuit, puis en les trempant de manière à remettre les précipités en solution solide. Comme le fait de porter après usinage les aciers austénitiques HNS et HIS une seconde fois à leur température de recuit provoque une élimination des contraintes internes dans le matériau et donc une diminution de sa dureté, on réservera de préférence ce traitement de recuit à des éléments d'habillage pour montres pour lesquels la résistance à la corrosion et l'aptitude au polissage sont des propriétés plus importantes que la dureté.

Pour des composants horlogers pour lesquels on recherche avant tout la dureté, on préférera éviter le second traitement thermique de recuit afin de ne pas provoquer dans le matériau une élimination des contraintes internes qui sont apparues au cours de l'opération d'écrouissage et qui contribuent à rendre le matériau plus dur.

[0023] On comprendra que les diagrammes illustrés aux figures 1 à 3 sont des représentations schématiques simplifiées. En effet, chaque composition d'acier austénitique HNS ou HIS a un diagramme temps-température-transformation qui lui est propre et qui est également fonction de la nature du précipité considéré.

[0024] La figure 1 est un diagramme temps (t) - température (T) - transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la première variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention. Soit Tr_1 la température d'austénitisation ou de recuit d'un acier austénitique de type HNS ou HIS et soit a la courbe qui, sur le diagramme temps-température-transformation de la figure 1, délimite une aire qui correspond à des conditions de temps et de température qui permettent la formation de précipités. On désigne par 1 la courbe de refroidissement rapide qui permet de ramener l'acier austénitique HNS ou HIS depuis sa température de recuit jusqu'à la température ambiante en évitant toute formation de précipités, et par 2 la courbe de refroidissement selon l'invention qui combine les paramètres temps et température de façon telle qu'en abaissant la température de l'acier austénitique HNS ou HIS suivant cette courbe 2, on permet l'apparition de précipités dans cet acier.

[0025] La figure 2 est un diagramme temps (t) - température (T) - transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la deuxième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention. Soit Tr_2 la température d'austénitisation ou de recuit d'un acier austénitique de type HNS ou HIS et soit b la courbe qui, sur le diagramme temps-température-transformation de la figure 2, délimite une aire qui correspond à des conditions de temps et de température qui permettent la formation de précipités. On commence par refroidir rapidement l'acier austénitique HNS ou HIS depuis sa température de recuit Tr_2 selon la courbe 4, puis on interrompt le refroidissement de l'acier austénitique HNS ou HIS lorsque la température a atteint une valeur Tp_2 à laquelle peuvent apparaître des précipités, et on maintient cet acier à cette température Tp_2 pendant une durée telle qu'apparaissent des précipités (courbe 6). Finalement, on ramène l'acier à température ambiante (courbe 8).

[0026] La figure 3 est un diagramme temps (t) - température (T) - transformation qui illustre le traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la troisième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention. Soit Tr_3 la température d'austénitisation ou de recuit d'un acier austénitique de type HNS ou HIS et soit c la courbe qui, sur le diagramme temps-température-transformation de la figure 3, délimite une aire qui correspond

à des conditions de temps et de température qui permettent la formation de précipités. L'acier dont il est question ici est un acier austénitique HNS ou HIS qui a été refroidi suffisamment rapidement depuis sa température de recuit Tr_3 jusqu'à la température ambiante pour pouvoir éviter toute formation de précipités. Conformément à la troisième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention, un tel acier austénitique HNS ou HIS est chauffé selon la courbe 10 et maintenu à une température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités (courbe 12), puis est refroidi (courbe 14).

[0027] La quatrième variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention ne diffère de la troisième variante du même procédé qu'en ce que, après traitement de recuit suivi d'une trempe et avant le traitement de précipitation, l'acier austénitique HNS ou HIS est écroui, c'est-à-dire déformé à froid. Le traitement thermique selon l'invention qui consiste à porter un acier austénitique à une température et pendant une durée telles que des précipités se forment est donc appliqué, dans cette quatrième variante, à un matériau préalablement durci par écrouissage.

[0028] Enfin, la cinquième et dernière variante de mise en oeuvre du procédé de l'invention consiste à soumettre l'acier austénitique à un traitement de déformation à froid après traitement thermique selon l'une des trois premières variantes de mise en oeuvre.

[0029] Différents essais ont été menés sur l'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3.

[0030] La figure 4 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier HIS X20CrMnMoN17-11-3 qui a été recuit à sa température d'austénitisation puis trempé. On remarque à l'examen de cette figure que les joints de grains sont peu marqués, ce qui dénote l'absence de précipités.

[0031] La figure 5 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ayant subi un traitement thermique conforme à la troisième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention. Comme on peut le voir à l'examen de la figure 5, les joints de grains sont marqués, ce qui dénote la présence en quantités importantes de précipités le long de ces joints de grains. On voit même (zones entourées d'un cercle sur la figure 5) que certains précipités, plus gros, ont crû à l'intérieur des grains depuis les joints de grains. Une telle concentration en précipités a pu être obtenue en portant, après refroidissement rapide depuis la température de recuit, l'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 à une température de 800°C pendant deux heures.

[0032] Pour certaines applications, comme des composants d'un mouvement horloger, il n'est pas envisageable de recuire les pièces (après traitement de précipitation) dans la mesure où l'on souhaite préserver la dureté obtenue après déformation à froid. Des échantillons d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ont donc été soumis à un procédé de traitement thermique conforme à la quatrième variante de mise en oeuvre de

l'invention et consistant, après traitement de recuit suivi d'une trempe et écrouissage, à porter l'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 à une température et pendant une durée telles que des précipités se forment. On a observé qu'après déformation à froid, la formation des précipités est beaucoup plus rapide. En effet, les dislocations et les lacunes induites par la déformation à froid créent des chemins de diffusion favorables à la germination et à la croissance des précipités.

[0033] La figure 6 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 qui se présente sous la forme d'un barreau dont le diamètre extérieur est ramené de 3 mm à 2,5 mm par déformation à froid par tréfilage, soit une réduction de diamètre de 16,6%. Conformément à la quatrième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, cet échantillon a ensuite été porté à une température de 800°C pendant deux heures suivant la courbe de température représentée à la figure 3. On voit que l'acier présente de nombreux précipités, aussi bien aux joints de grains qu'à l'intérieur des grains.

[0034] La figure 7 est un graphe qui montre l'évolution de la dureté de l'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 de la figure 6 en fonction de la température à laquelle cet acier est porté pour former les précipités. On observe que la dureté de l'acier austénitique sans traitement de précipitation selon l'invention et après écrouissage à froid est de 450 HV10 (symbole en forme de carré sur le graphe). Le même acier austénitique est, après écrouissage à froid, traité thermiquement conformément à la quatrième variante de mise en oeuvre du procédé selon l'invention. Des échantillons de cet acier sont portés respectivement à des températures de 750°C, 800°C, 850°C, 900°C et 950°C pendant une durée de deux heures, puis refroidis (symboles en forme de losange sur le graphe). On observe que, pour les échantillons chauffés entre 700°C et 900°C, la dureté est comprise entre environ 425 HV10 et 375 HV10. Autrement dit, la dureté de ces échantillons d'acier austénitique traités thermiquement conformément à la quatrième variante de l'invention varie peu par rapport à la dureté de l'acier austénitique écroui mais n'ayant pas fait l'objet d'un traitement de précipitation. Par contre, l'usinabilité des échantillons d'acier austénitique ayant subi un traitement thermique de précipitation selon cette quatrième variante de l'invention est nettement améliorée. Seul l'échantillon d'acier austénitique chauffé à 950°C pendant deux heures a une dureté sensiblement inférieure à celle de l'acier austénitique sans traitement de précipitation (moins de 350 HV10). Enfin, un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 ayant subi uniquement un traitement de recuit suivi d'une trempe (symbole en forme de triangle sur le graphe) a une dureté inférieure à 250 HV10.

[0035] La figure 8 est une vue d'une coupe métallographique d'un échantillon d'acier austénitique HIS X20CrMnMoN17-11-3 qui se présente sous la forme d'un barreau dont le diamètre extérieur est ramené de 3 mm

à 2 mm par déformation à froid par tréfilage, soit une réduction de diamètre plus importante encore de 33,3 %. Cet échantillon d'acier subit le même traitement thermique qu'à la figure 6 en étant porté à une température de 800°C pendant deux heures conformément à la quatrième variante de mise en oeuvre de l'invention. On voit que, comparé à la figure 6, le phénomène de précipitation est encore plus prononcé puisque, outre les précipités qui se forment le long des joints de grains et depuis les joints de grains vers l'intérieur des grains, on a une forte concentration de précipités à l'intérieur-même des grains.

[0036] La figure 9 est un graphe qui montre l'évolution de la dureté de l'acier de la figure 8 en fonction de la durée et de la température à laquelle cet acier est porté après écrouissage pour former les précipités. On observe que la dureté de l'acier austénitique sans traitement de précipitation selon l'invention et après écrouissage à froid est comprise entre 550 HV10 et 560 HV10 (symbole en forme de carré sur le graphe). Cette dureté est plus grande que celle à la figure 7 car le taux d'écrouissage est plus élevé. Les symboles en forme de losange sur la figure 9 correspondent à des échantillons d'acier austénitique portés à des températures respectives de 700°C, 750°C, 800°C et 850°C pendant 45 minutes. Les symboles en forme de rond correspondent à des échantillons d'acier austénitique portés à des températures respectives de 700°C, 750°C, 800°C et 850°C pendant deux heures. Si l'on compare les graphes des figures 7 et 9, on observe que plus le taux d'écrouissage est élevé, plus la formation de précipités est facilitée. En effet, les tensions mécaniques au coeur de l'acier permettent de faire germer et croître les précipités.

[0037] On observe que, pour une même température de traitement de précipitation, la dureté des échantillons d'acier austénitique est plus faible lorsque la durée du traitement de précipitation est plus longue. On observe également que, pour une même durée de traitement de deux heures, la dureté de l'acier est d'autant plus faible que la température de précipitation est élevée. Toutefois, ces graphes montrent qu'il est possible d'obtenir des aciers avec de nombreux précipités et dont les duretés sont néanmoins proches des duretés initiales.

[0038] Il va de soi que la présente invention n'est pas limitée au mode de réalisation qui vient d'être décrit et que diverses modifications et variantes simples peuvent être envisagées par l'homme du métier sans sortir du cadre de l'invention tel que défini par les revendications annexées. Quelques exemples non limitatifs d'aciers HNS et HIS auxquels le procédé de précipitation selon l'invention peut être appliqué sont : X5CrMnN18-18, X8CrMnN19-19, X8CrMnMoN18-18-2, X13CrMnMoN18-14-3, X20CrMnMoN17-11-3 ou bien encore X5MnCrMoN23-21. Enfin, quelques exemples de précipités qui peuvent se former durant le procédé de précipitation sont : M23C, MC, M6C ou bien encore M2N, où M désigne un ou plusieurs des éléments métalliques de l'alliage pouvant se combiner au carbone ou à l'azote

pour former des carbures ou nitrures ou carbonitrures. L'invention s'applique notamment aux bijoux et aux éléments d'habillage des pièces d'horlogerie, ainsi qu'aux composants horlogers.

Revendications

1. Procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS qui consiste, après austénitisation, à abaisser la température de l'acier austénitique HNS ou HIS depuis sa température d'austénitisation ou de frittage à la température d'austénitisation de manière suffisamment lente pour qu'apparaissent des précipités dans la structure de l'acier austénitique HNS ou HIS, puis enfin à ramener l'acier à température ambiante.
2. Procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS qui consiste à soumettre cet acier austénitique HNS ou HIS à un refroidissement depuis sa température d'austénitisation ou de frittage à la température d'austénitisation, puis à interrompre le refroidissement de l'acier austénitique HNS ou HIS lorsque la température a atteint une valeur à laquelle peuvent apparaître des précipités, et à maintenir cet acier à cette température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités, puis enfin à ramener l'acier à température ambiante.
3. Procédé de traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS qui consiste, après que l'acier austénitique HNS ou HIS ait subi un traitement thermique d'austénitisation ou de frittage à la température d'austénitisation puis de trempe, à chauffer l'acier austénitique HNS ou HIS à une température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités, puis enfin à ramener l'acier à température ambiante.
4. Procédé de traitement thermique selon la revendication 3, **caractérisé en ce que**, après la trempe et avant d'amener l'acier austénitique HNS ou HIS à une température et pendant une durée telles qu'apparaissent des précipités, on déforme à froid l'acier austénitique HNS ou HIS.
5. Procédé de traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce que** les précipités sont remis en solution après usinage en portant à nouveau l'acier austénitique HNS ou HIS à sa température d'austénitisation, puis en le refroidissant suffisamment rapidement pour éviter de reformer des précipités.
6. Procédé de traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce**

qu'il comprend en outre l'étape consistant à déformer l'acier austénitique HNS ou HIS à froid après que ledit acier a été ramené à température ambiante.

7. Acier austénitique HNS ou HIS comprenant des précipités obtenu par mise en oeuvre du procédé de traitement thermique selon l'une quelconque des revendications 1 à 6. 5
8. Élément d'horlogerie ou de bijouterie obtenu à partir d'un acier austénitique HNS ou HIS selon la revendication 7. 10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Fig. 1

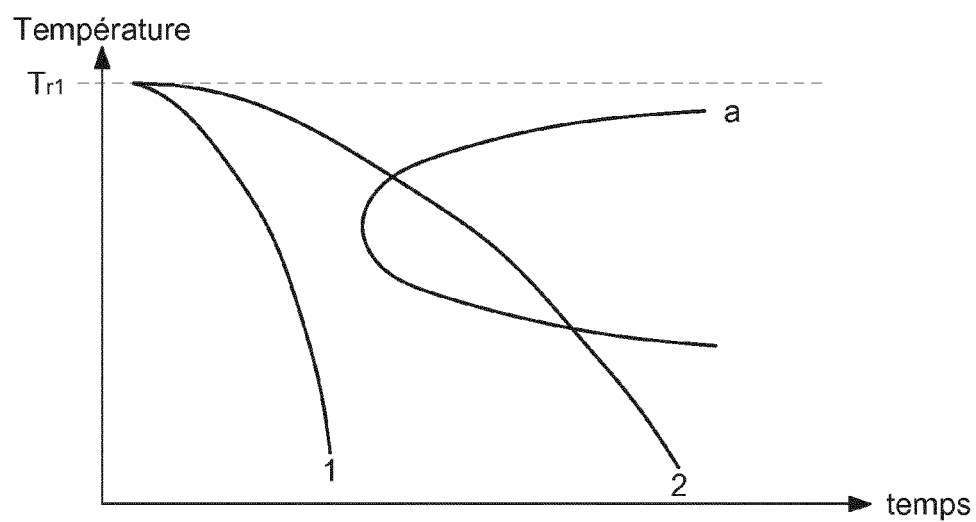


Fig. 2

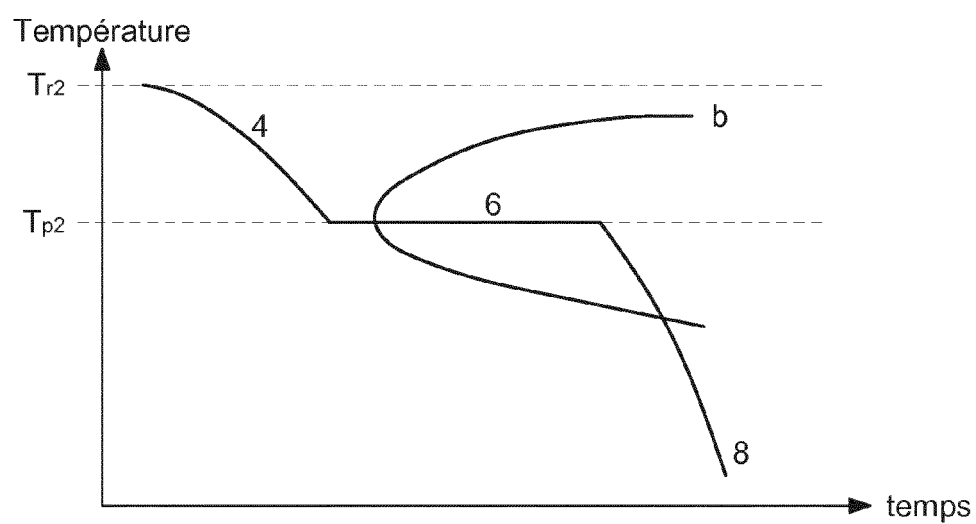


Fig. 3

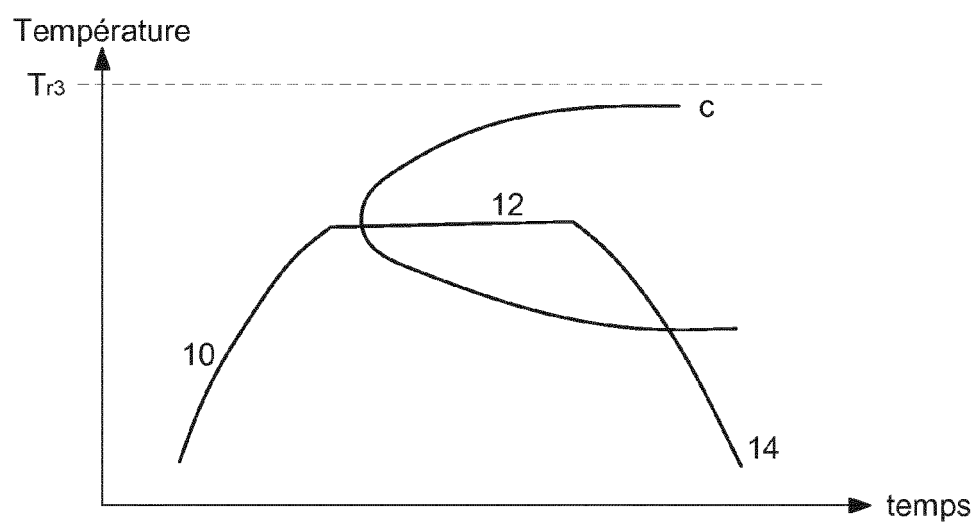


Fig. 4

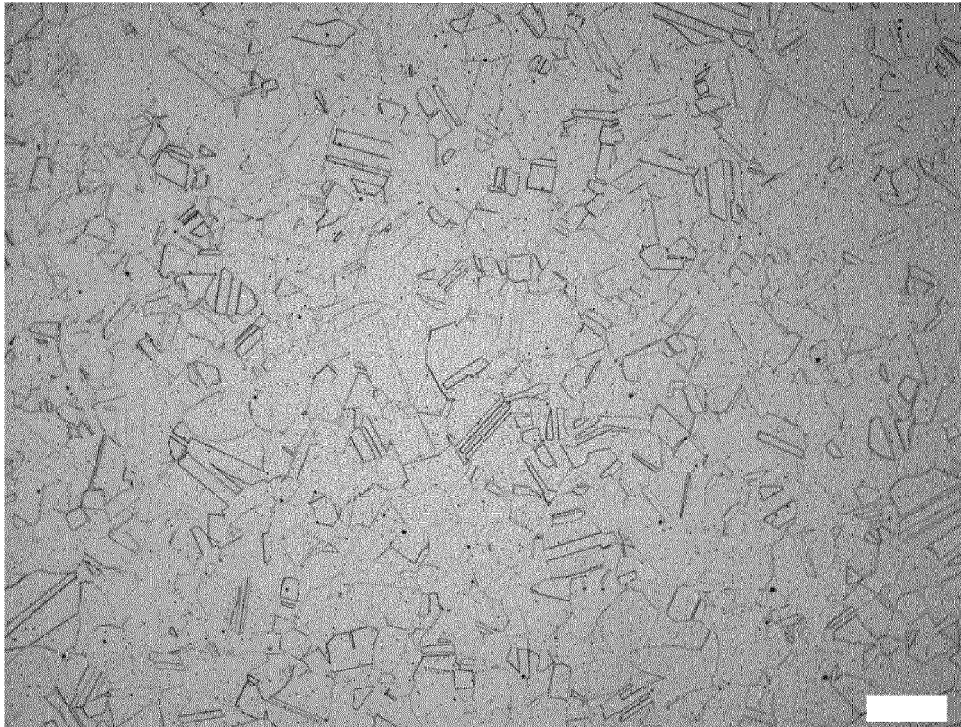


Fig. 5

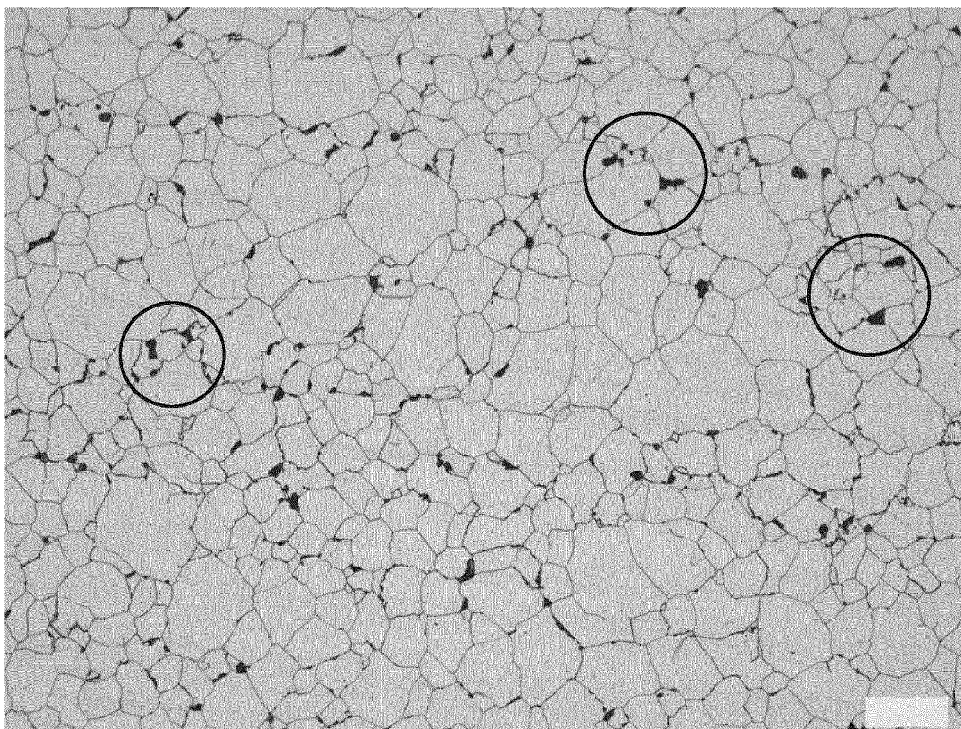


Fig. 6

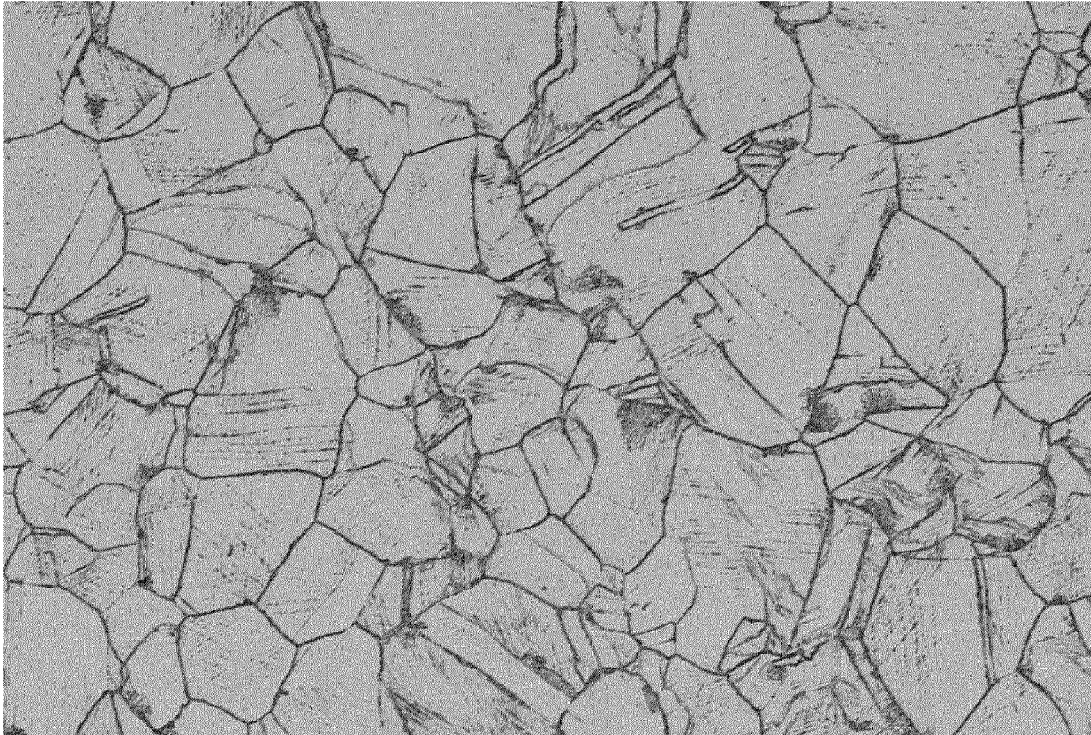


Fig. 8

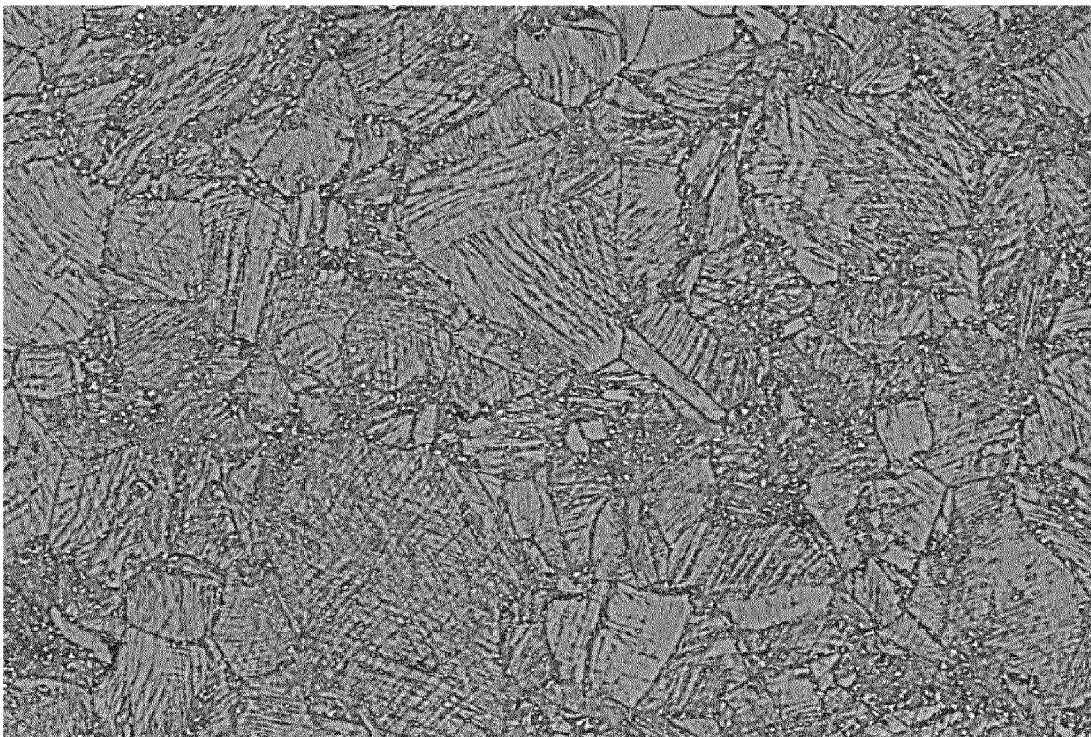


Fig. 7

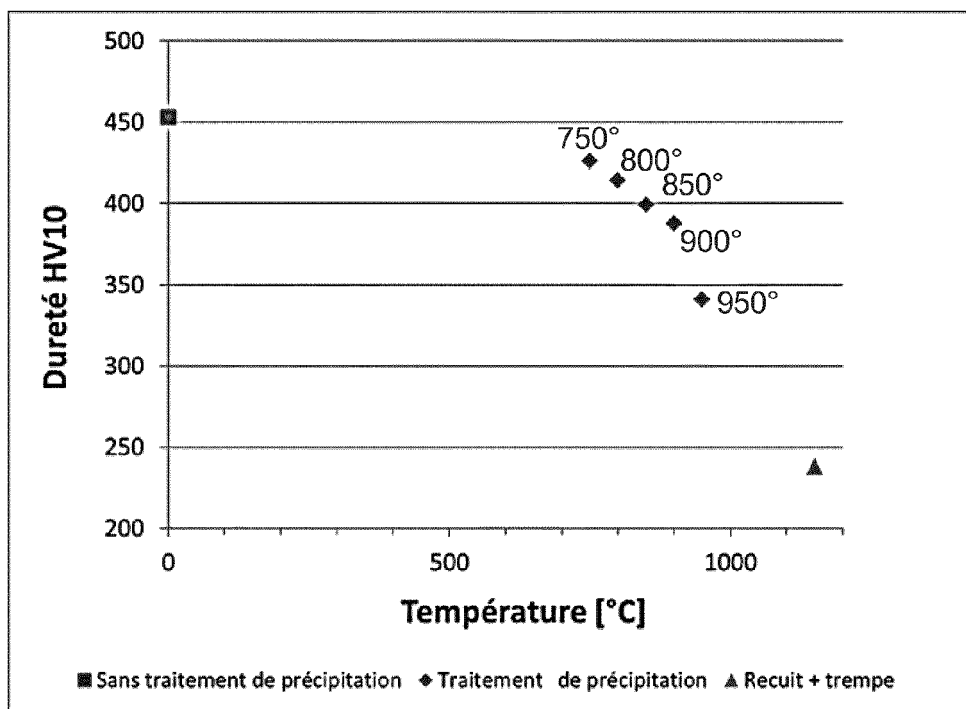
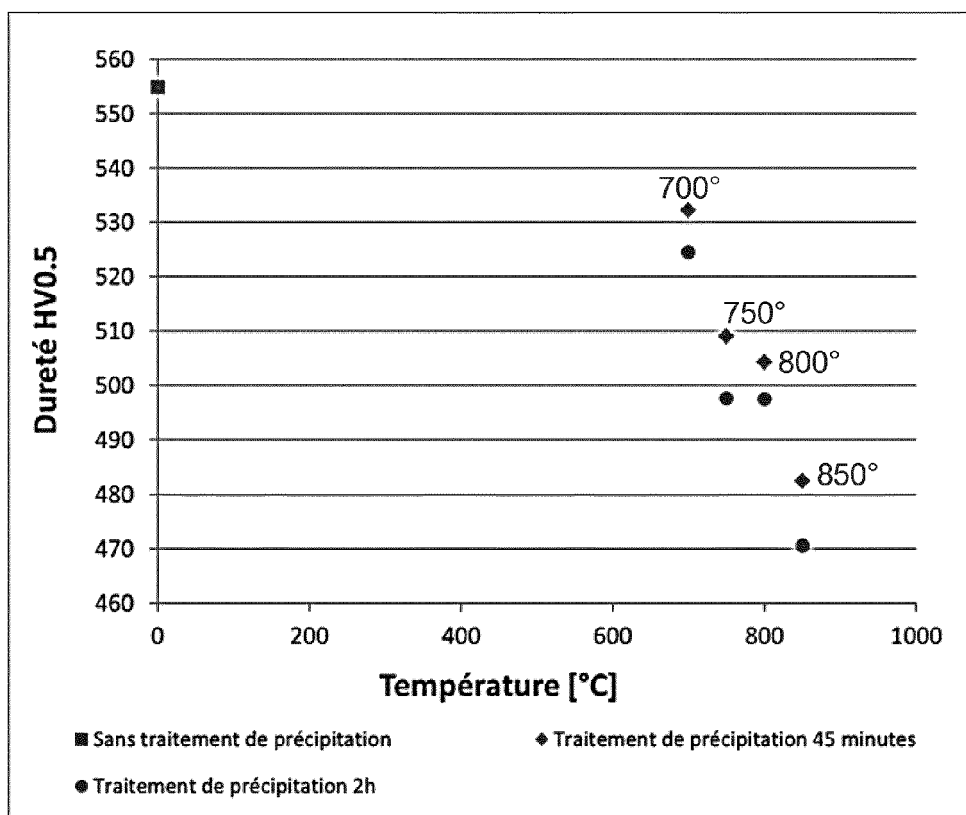


Fig. 9





RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

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	WISNIEWSKI A ET AL: "Influence of heat treatment on creep of a Mn-N stabilised austenitic stainless steel", JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, BO, vol. 43, no. 15, 24 juin 2008 (2008-06-24), pages 5350-5357, XP019607627, ISSN: 1573-4803	1,7	INV. C21D6/00 C21D6/02 C22C38/00 C22C38/18 C22C38/22 C22C38/38
A	* le document en entier * -----	2-6	
X	GOIKHENBERG YU N ET AL: "Stress corrosion cracking, structure, and properties of nitrogen-hardened austenitic chromium-manganese steels", FIZIKA METALLOV I METALLOVEDENIE (1990),, vol. 65, no. 6, 1 janvier 1988 (1988-01-01), pages 1131-1137, XP009191692, ISSN: 0015-3230	1,6,7	
A	* le document en entier * -----	5	
X	WOO, INSU; HORINOCHI, TSUTOMU; KIKUCHI, YASUSHI: "Effect of microstructure on the heat affected zone toughness of high nitrogen containing Ni-free austenitic stainless steel", TRANSACTIONS OF JWRI, vol. 30, no. 1, 1 janvier 2001 (2001-01-01), pages 77-84, XP009191697, ISSN: 0387-4508	1,7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) C21D C22C
A	* le document en entier * ----- -/--	2-6,8	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2016	Examineur Abrasonis, Gintautas
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

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	Marcel Sonderegger ET AL: "Powder Injection Moulding Processing: Optimised Sintering and Heat Treatment of the Nickel-free High-Nitrogen MIM-Steel X15CrMnMoN17-11-3", European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings, 1 janvier 2006 (2006-01-01), page 31, XP055302770, Shrewsbury Extrait de l'Internet: URL:http://www.listemann.com/fileadmin/user_upload/bilder/aktuelles/Euro_PM2006_Sonderegger_180.pdf	1,7	
A	* le document en entier *	2-6,8	
X	US 7 255 755 B2 (MAZIASZ PHILIP J [US] ET AL) 14 août 2007 (2007-08-14)	1,7	
A	* le document en entier *	2-6	
X	MA Y X ET AL: "Study on Precipitation of High Nitrogen Containing Austenitic Stainless Steel During Isothermal Aging at Intermediate Temperature", JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH INTERNATIONAL, GANGTIE YANJIU XUEBAO, CN, vol. 14, no. 5, 1 septembre 2007 (2007-09-01), pages 344-349, XP022933506, ISSN: 1006-706X, DOI: 10.1016/S1006-706X(08)60108-9 [extrait le 2007-09-01]	2,7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	* le document en entier *	1,3-6,8	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2016	Examineur Abrasonis, Gintautas
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

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	JP 2010 280950 A (DAIDO STEEL CO LTD; HONDA MOTOR CO LTD) 16 décembre 2010 (2010-12-16)	3,6,7	
A	* le document en entier *	1,2,4,5	
X	TAE-HO LEE ET AL: "Time-temperature-precipitation characteristics of high-nitrogen austenitic Fe-18Cr-18Mn-2Mo-0.9N steel", METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, SPRINGER-VERLAG, NEW YORK, vol. 37, no. 12, 1 décembre 2006 (2006-12-01), pages 3445-3454, XP019695383, ISSN: 1543-1940	3,6,7	
A	* le document en entier *	1,2,4,5,8	
X	US 4 929 419 A (WEGMAN DWIGHT D [US] ET AL) 29 mai 1990 (1990-05-29)	3,6,7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	* le document en entier *	1,2,4,5	
X	J.A. COTTON ET AL: "The Influence of Niobium and Vanadium on the Microstructure and Mechanical Properties of a High Nitrogen Stainless Steel", MATERIALS SCIENCE FORUM, vol. 318-320, 1 janvier 1999 (1999-01-01), pages 271-280, XP055302754, DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.318-320.271	3,6,7	
A	* le document en entier *	1,2,4,5,8	
-----		-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2016	Examineur Abrasonis, Gintautas
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

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	HUA-BING LI ET AL: "Influence of chemical composition and cold deformation on aging precipitation behavior of high nitrogen austenitic stainless steels", JOURNAL OF CENTRAL SOUTH UNIVERSITY ; SCIENCE & TECHNOLOGY OF MINING AND METALLURGY, vol. 20, no. 12, 1 décembre 2013 (2013-12-01), pages 3354-3362, XP055303179, CN	3,4,7	
A	ISSN: 2095-2899, DOI: 10.1007/s11771-013-1859-2 * le document en entier *	1,2,5,6,8	
X	----- SHI FENG ET AL: "Effects of Cold Deformation and Aging Process on Precipitation Behavior and Mechanical Properties of Fe-18Cr-18Mn-0.63N High-Nitrogen Austenitic Stainless Steel", STEEL RESEARCH INTERNATIONAL., 1 juillet 2013 (2013-07-01), pages n/a-n/a, XP055302684, DE	3,4,6,7	
A	ISSN: 1611-3683, DOI: 10.1002/srin.201300086 * le document en entier *	1,2,5,8	
X	----- CN 103 233 174 B (INST METAL RES CHINESE ACAD SC) 10 juin 2015 (2015-06-10)	3,7,8	
A	* le document en entier *	1,2,4-6	
X	----- CH 688 862 A5 (BASF AG [DE]) 30 avril 1998 (1998-04-30)	7,8	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	* le document en entier *	1-6	
		-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2016	Examineur Abrasonis, Gintautas
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)



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A	US 5 714 115 A (SPEIDEL MARKUS O [CH] ET AL) 3 février 1998 (1998-02-03) * le document en entier *	1-8	
A	EP 1 229 142 A1 (DAIDO STEEL CO LTD [JP]) 7 août 2002 (2002-08-07) * le document en entier *	1-8	
A	EP 1 626 101 A1 (DAIDO STEEL CO LTD [JP]) 15 février 2006 (2006-02-15) * le document en entier *	1-8	
A	DAISUKE KURODA ET AL: "New Manufacturing Process of Nickel-Free Austenitic Stainless Steel with Nitrogen Absorption Treatment", MATERIALS TRANSACTIONS,, vol. 44, no. 3, 1 janvier 2003 (2003-01-01), pages 414-420, XP055043442, DOI: 10.2320/matertrans.44.414 * le document en entier *	1-8	
A	SU 722 966 A1 (MO METALL Z SERP MOLOT [SU]) 25 mars 1980 (1980-03-25) * le document en entier *	1-8	
A	GB 1 436 655 A (SEIKO INSTR & ELECTRONICS) 19 mai 1976 (1976-05-19) * le document en entier *	1-8	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 2016	Examineur Abrasonis, Gintautas
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)

**REVENDEICATIONS DONNANT LIEU AU PAIEMENT DE TAXES**

La présente demande de brevet européen comportait lors de son dépôt les revendications dont le paiement était dû.

☐ Une partie seulement des taxes de revendication ayant été acquittée dans les délais prescrits, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les revendications pour lesquelles aucun paiement n'était dû ainsi que pour celles dont les taxes de revendication ont été acquittées, à savoir les revendication(s):

☐ Aucune taxe de revendication n'ayant été acquittée dans les délais prescrits, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les revendications pour lesquelles aucun paiement n'était dû.

ABSENCE D'UNITE D'INVENTION

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

voir feuille supplémentaire B

☒ Toutes les nouvelles taxes de recherche ayant été acquittées dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour toutes les revendications.

☐ Comme toutes les recherches portant sur les revendications qui s'y prêtaient ont pu être effectuées sans effort particulier justifiant une taxe additionnelle, la division de la recherche n'a sollicité le paiement d'aucune taxe de cette nature.

☐ Une partie seulement des nouvelles taxes de recherche ayant été acquittée dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les parties qui se rapportent aux inventions pour lesquelles les taxes de recherche ont été acquittées, à savoir les revendications:

☐ Aucune nouvelle taxe de recherche n'ayant été acquittée dans les délais impartis, le présent rapport de recherche européenne a été établi pour les parties de la demande de brevet européen qui se rapportent à l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications, à savoir les revendications:

☐ Le présent rapport supplémentaire de recherche européenne a été établi pour les parties de la demande de brevet européen qui se rapportent à l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications (Règle 164 (1) CBE)



ABSENCE D'UNITÉ D'INVENTION
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE B

Numéro de la demande

EP 16 17 1672

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

1. revendications: 1(complètement); 5-7(en partie)

Traitement thermique d'un acier austénitique HNS ou HIS et l'acier tellement obtenu.

2. revendications: 2(complètement); 5-7(en partie)

Traitement thermique alternative d'un acier austénitique HNS ou HIS et l'acier tellement obtenu.

3. revendications: 3(complètement); 5-7(en partie)

Traitement thermique alternative d'un acier austénitique HNS ou HIS et l'acier tellement obtenu.

4. revendications: 4(complètement); 5-7(en partie)

Traitement thermique alternative d'un acier austénitique HNS ou HIS et l'acier tellement obtenu.

5. revendication: 8

Un élément d'horlogerie ou de bijouterie obtenu à partir d'un acier austénitique HNS ou HIS comprenant des précipités

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

EP 16 17 1672

5 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.

24-10-2016

10

Document brevet cité
au rapport de recherche

Date de
publication

Membre(s) de la
famille de brevet(s)

Date de
publication

15

US 7255755 B2 14-08-2007 AT 523610 T 15-09-2011
EP 1219720 A2 03-07-2002
EP 2113581 A1 04-11-2009
ES 2369392 T3 30-11-2011
ES 2503715 T3 07-10-2014
JP 2002194511 A 10-07-2002
KR 20020046988 A 21-06-2002
US RE41100 E 09-02-2010
US RE41504 E 17-08-2010
US 2002110476 A1 15-08-2002
US 2003056860 A1 27-03-2003
US 2003084967 A1 08-05-2003

20

JP 2010280950 A 16-12-2010 AUCUN

25

US 4929419 A 29-05-1990 CA 1323776 C 02-11-1993
US 4929419 A 29-05-1990

30

CN 103233174 B 10-06-2015 AUCUN

35

CH 688862 A5 30-04-1998 AUCUN

40

US 5714115 A 03-02-1998 DE 19513407 C1 10-10-1996
JP H10183303 A 14-07-1998
US 5714115 A 03-02-1998
ZA 9602761 B 30-07-1996

45

EP 1229142 A1 07-08-2002 AT 466116 T 15-05-2010
EP 1229142 A1 07-08-2002
JP 4538966 B2 08-09-2010
JP 2002235153 A 23-08-2002
US 2002148537 A1 17-10-2002

50

EP 1626101 A1 15-02-2006 EP 1626101 A1 15-02-2006
JP 4379804 B2 09-12-2009
JP 2006052452 A 23-02-2006
US 2006034724 A1 16-02-2006

55

SU 722966 A1 25-03-1980 AUCUN

GB 1436655 A 19-05-1976 CH 585276 A5 28-02-1977
GB 1436655 A 19-05-1976
JP S49126511 A 04-12-1974

EPO FORM P0460

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