

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
29 septembre 2016 (29.09.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2016/151390 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C22C 38/04 (2006.01) C22C 38/28 (2006.01)  
C22C 38/12 (2006.01) C22C 38/32 (2006.01)  
C22C 38/22 (2006.01) C22C 38/38 (2006.01)  
C22C 38/26 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/IB2016/000343

(22) Date de dépôt international :

23 mars 2016 (23.03.2016)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

PCT/IB2015/000384 23 mars 2015 (23.03.2015) IB

(71) Déposant : ARCELORMITTAL [LU/LU]; 24-26, Boulevard d'Avranches, 1160 Luxembourg (LU).

(72) Inventeurs : PERROT-SIMONETTA, Marie-Thérèse; 7, rue Saint Nicolas, 57700 Neufchef (FR). RESIAK, Bernard; 7, rue du Champ Mey, 57140 Saulny (FR). VOLL, Ulrich; Am Geistfeld 29a, 47239 Duisburg (DE).

(74) Mandataire : PLAISANT, Sophie; ArcelorMittal France, R&D Intellectual Property, 6, rue Campra, F-93212 La Plaine Saint-Denis (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : PARTS WITH A BAINITIC STRUCTURE HAVING HIGH STRENGTH PROPERTIES AND MANUFACTURING PROCESS

(54) Titre : PIÈCES A STRUCTURE BAINITIQUE A HAUTES PROPRIÉTÉS DE RÉSISTANCE ET PROCÉDE DE FABRICATION

(57) Abstract : The subject of the invention is a part, the composition of which comprises, the contents being expressed as percentages by weight,  $0.10 < C < 0.30$ ,  $1.6 < Mn < 2.1$ ,  $0.5 < Cr \leq 1.7$ ,  $0.5 < Si < 1.0$ ,  $0.065 < Nb < 0.15$ ,  $0.0010 < B < 0.0050$ ,  $0.0010 < N < 0.0130$ ,  $0 < Al < 0.060$ ,  $0 < Mo < 1.00$ ,  $0 < Ni < 1.0$ ,  $0.01 < Ti < 0.07$ ,  $0 < V < 0.3$ ,  $0 < P < 0.050$ ,  $0.01 < S < 0.1$ ,  $0 < Cu < 0.5$ ,  $0 < Sn < 0.1$ , the remainder of the composition consisting of iron and inevitable impurities resulting from the smelting, the microstructure consisting, in surface proportions, of 100% to 70% bainite, of less than 30% residual austenite and of less than 5% ferrite, and a process for the manufacture thereof.

(57) Abrégé : L'invention a pour objet une pièce dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids,  $0,10 < C < 0,30$ ,  $1,6 < Mn < 2,1$ ,  $0,5 < Cr \leq 1,7$ ,  $0,5 < Si < 1,0$ ,  $0,065 < Nb < 0,15$ ,  $0,0010 < B < 0,0050$ ,  $0,0010 < N < 0,0130$ ,  $0 < Al < 0,060$ ,  $0 < Mo < 1,00$ ,  $0 < Ni < 1,0$ ,  $0,01 < Ti < 0,07$ ,  $0 < V < 0,3$ ,  $0 < P < 0,050$ ,  $0,01 < S < 0,1$ ,  $0 < Cu < 0,5$ ,  $0 < Sn < 0,1$ , le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure étant constituée, en proportions surfaciques, de 100 à 70 % de bainite, de moins de 30% d'austénite résiduelle et de moins de 5 % de ferrite et son procédé de fabrication.

WO 2016/151390 A1

## PIÈCES A STRUCTURE BAINITIQUE A HAUTES PROPRIETES DE RESISTANCE ET PROCEDE DE FABRICATION

5 La présente invention couvre la fabrication de pièces à hautes propriétés de résistance tout en étant usinables, obtenues à partir d'aciers présentant simultanément une bonne ductilité à chaud permettant de réaliser des opérations de formage à chaud et une trempabilité telle qu'il n'est pas utile de réaliser des opérations de trempe et revenu pour obtenir les propriétés annoncées.

10 L'invention concerne plus précisément des pièces présentant, quelle que soit la forme et la complexité de la pièce, une résistance mécanique supérieure ou égale à 1100 MPa, présentant une limite d'élasticité supérieure ou égale à 700 MPa, un allongement à rupture A supérieur ou égal à 12 et une striction à rupture Z supérieure à 30%,

15 Dans le cadre de la présente invention, on définit par pièce, barres toutes formes, fils ou pièces complexes obtenues par procédé de mise en forme à chaud comme, par exemple, le laminage, ou forgeage avec ou sans opérations ultérieures de réchauffage partiel ou total, de traitement thermique ou thermochimique et/ou de mise en forme avec ou sans enlèvement de matière,  
20 voire avec ajout de matière comme pour le soudage.

On entend par mise en forme à chaud d'un acier tout procédé qui modifie la forme première d'un produit par une opération qui se réalise à une température de la matière telle que la structure cristalline de l'acier est majoritairement austénitique.

25 La forte demande de réduction d'émissions de gaz à effet de serre, associée à la croissance des exigences de sécurité automobile et les prix du carburant ont poussé les constructeurs de véhicules terrestres à moteur à rechercher des matériaux présentant une résistance mécanique élevée. Cela permet de réduire le poids de ces pièces tout en maintenant ou en augmentant les  
30 performances de résistance mécanique.

Pour obtenir de très hautes caractéristiques mécaniques, les solutions traditionnelles en acier existent depuis très longtemps. Elles contiennent des éléments d'alliage en plus ou moins grande quantité associés à des traitements thermiques de type austénitisation à une température supérieure à AC1, suivie  
5 d'une trempe dans un fluide de type huile, polymère voire de l'eau et en général d'un revenu à une température inférieure à Ar3. Certains inconvénients associés à ces aciers et aux traitements nécessaires pour obtenir les propriétés demandées peuvent être d'ordre économique (coût des alliages, coût des traitements  
10 thermiques), environnemental (énergie dépensée pour la ré-austénitisation, dispersée par la trempe, traitement des bains de trempe), ou géométrique (déformation des pièces complexes). Dans cette perspective, les aciers permettant d'obtenir une résistance relativement élevée, juste après la mise en forme à chaud, prennent une importance grandissante. Il a ainsi été proposé, dans le temps, plusieurs familles d'aciers offrant divers niveaux de résistance  
15 mécanique, comme par exemple les aciers micro-alliés à structure ferrito perlitique à différentes teneurs en Carbone pour obtenir plusieurs niveaux de résistance. Ces aciers micro-alliés ferrito perlitiques se sont largement répandus dans les dernières décennies et sont très souvent utilisés pour toutes sortes de pièces mécaniques pour obtenir des pièces complexes sans traitement thermique  
20 directement après mise en forme à chaud. Bien que très performants, ces aciers voient maintenant leurs limites lorsque les concepteurs réclament des propriétés mécaniques dépassant les 700 MPa de limite élastique et les 1100 MPa de résistance mécanique, ce qui les oblige souvent à revenir à des solutions traditionnelles évoquées plus haut.

25 En outre, en fonction de l'épaisseur et de la forme des pièces, il peut être difficile de garantir une homogénéité satisfaisante des propriétés, en raison notamment de l'hétérogénéité des vitesses de refroidissement qui impacte la microstructure.

30 Afin de répondre à cette demande de véhicules de plus en plus légers, tout en conservant les avantages économiques et environnementaux des aciers micro-alliés à matrice ferrito perlitique, il est donc nécessaire d'avoir des aciers de plus en plus résistants, obtenus directement après les opérations de mise en forme à

chaud. Cependant, il est connu que dans le domaine des aciers au carbone, une augmentation de la résistance mécanique s'accompagne généralement d'une perte de ductilité et d'une perte d'usinabilité. En outre, les constructeurs de véhicules terrestres à moteur définissent des pièces de plus en plus complexes qui nécessitent des aciers présentant des niveaux élevés de résistance mécanique, de résistance à la fatigue, de ténacité, de formabilité, et d'usinabilité.

On a pu prendre connaissance du brevet EP0787812 décrivant un procédé pour la fabrication de pièces forgées dont la composition chimique comprend, en poids:  $0,1\% \leq C \leq 0,4\%$  ;  $1\% \leq Mn \leq 1,8\%$  ;  $1,2\% \leq Si \leq 1,7\%$  ;  $0\% \leq Ni \leq 1\%$  ;  $0\% \leq Cr \leq 1,2\%$  ;  $0\% \leq Mo \leq 0,3\%$  ;  $0\% \leq V \leq 0,3\%$  ;  $Cu \leq 0,35\%$  éventuellement de 0,005% à 0,06% d'aluminium, éventuellement du bore en des teneurs comprises entre 0,0005% et 0,01%, éventuellement entre 0,005% et 0,03% de titane, éventuellement entre 0,005% et 0,06% de niobium, éventuellement de 0,005% à 0,1% de soufre, éventuellement jusqu'à 0,006% de calcium, éventuellement jusqu'à 0,03% de tellure, éventuellement jusqu'à 0,05% de sélénium, éventuellement jusqu'à 0,05% de bismuth, éventuellement jusqu'à 0,1% de plomb, le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Ce procédé impliquant que l'on soumette la pièce à un traitement thermique comportant un refroidissement depuis une température à laquelle l'acier est entièrement austénitique jusqu'à une température  $T_m$  comprise entre  $M_s + 100$  °C et  $M_s - 20$  °C à une vitesse de refroidissement  $V_r$  supérieure à 0,5 °C/s, suivi d'un maintien de la pièce entre  $T_m$  et  $T_f$ , avec  $T_f \geq T_m - 100$  °C, et de préférence  $T_f \geq T_m - 60$  °C, pendant au moins 2 minutes de façon à obtenir une structure comportant au moins 15%, et de préférence, au moins 30% de bainite formée entre  $T_m$  et  $T_f$ . Cette technique nécessite de nombreuses étapes de procédé nuisibles à la productivité.

D'autre part, on a connaissance de la demande EP1201774 dont l'objectif de l'invention est de fournir un procédé de forgeage réalisé de manière à améliorer l'usinabilité, en modifiant la structure métallographique des produits soumis à la charge d'impact en une structure ferrito-perlitique fine sans adopter la méthode de trempe et revenu, et ce afin d'obtenir une limite d'élasticité excédant celle obtenue par le procédé de trempe et revenu. La résistance à la traction ( $R_m$ ) obtenue est inférieure à celle obtenu par le procédé de trempe et revenu. Cette

méthode présente elle aussi l'inconvénient de nécessiter de nombreuses étapes de procédé complexifiant le procédé de fabrication. En outre l'absence d'éléments précis de composition chimique peut mener à l'utilisation d'une composition chimique inadaptée pour des applications de pièces forgées car nuisibles à la soudabilité, l'usinabilité voire la ténacité.

Le but de la présente invention est de résoudre les problèmes évoqués ci-dessus. Elle vise à mettre à disposition un acier pour pièces mises en forme à chaud à hautes propriétés de résistance, présentant simultanément une résistance mécanique et une capacité de déformation permettant de réaliser des opérations de mise en forme à chaud. L'invention concerne plus précisément des aciers présentant une résistance mécanique supérieure ou égale à 1100 MPa (soit une dureté supérieure ou égale à 300 Hv), présentant une limite d'élasticité supérieure ou égale à 700 MPa, et un allongement à rupture supérieur ou égal à 12%, avec une striction à rupture supérieure à 30%. L'invention vise également à mettre à disposition un acier avec une aptitude à être produit de manière robuste c'est-à-dire sans grandes variations de propriétés en fonction des paramètres de fabrication et usinable avec des outils disponibles dans le commerce sans perte de productivité pendant la mise en œuvre.

A cet effet, l'invention a pour objet une pièce selon les revendications 1 à 12 et un procédé de fabrication de pièce selon la revendication 13.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous, donné à titre d'exemple non limitatif.

Dans le cadre de l'invention, la composition chimique, en pourcentage en poids, doit être la suivante :

La teneur en carbone est comprise entre 0,10 et 0,30%. Si la teneur en carbone est en-dessous de 0,10 % en poids, il y a un risque de former de la ferrite pro-eutectoïde et d'obtenir une résistance mécanique insuffisante. Au-delà de 0,30%, la soudabilité devient de plus en plus réduite car on peut former des microstructures de faible ténacité dans la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) ou dans la zone fondue. Au sein de cette plage, la soudabilité est satisfaisante, et les propriétés mécaniques sont stables et conformes aux cibles visées par l'invention.

Selon un mode de réalisation préféré, la teneur en carbone est comprise entre 0,15 et 0,27% et de préférence entre 0,17 et 0,25%.

Le manganèse est compris entre 1,6 et 2,1% et de préférence compris entre 1,7% et 2,0%. C'est un élément durcissant par solution solide de substitution, il stabilise l'austénite et abaisse la température de transformation Ac3. Le manganèse contribue donc à une augmentation de la résistance mécanique. Une teneur minimale de 1,6% en poids est nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques désirées. Cependant, au-delà de 2,1%, son caractère gammagène conduit à un ralentissement significatif de la cinétique de transformation bainitique ayant lieu lors refroidissement final et la fraction de bainite serait insuffisante pour atteindre une résistance d'élasticité supérieure ou égale à 700 MPa. On combine ainsi une résistance mécanique satisfaisante sans accroître le risque de diminuer la fraction de bainite et donc de diminuer la limite d'élasticité, ni d'augmenter la trempabilité dans les alliages soudés, ce qui nuirait à la capacité au soudage de l'acier selon l'invention.

La teneur en chrome doit être comprise entre 0,5% et 1,7% et de préférence entre 1,0 et 1,5%. Cet élément permet de contrôler la formation de ferrite au refroidissement à partir d'une structure entièrement austénitique, car cette ferrite, en quantité élevée diminue la résistance mécanique nécessaire à l'acier selon l'invention. Cet élément permet en outre de durcir et d'affiner la microstructure bainitique, c'est pourquoi une teneur minimale de 0,5% est nécessaire. Cependant, cet élément ralentit considérablement la cinétique de la transformation bainitique, ainsi, pour des teneurs supérieures à 1,7 %, la fraction de bainite risque d'être insuffisante pour atteindre une limite d'élasticité supérieure ou égale à 700 MPa. A titre préférentiel on choisit un intervalle de teneur en chrome compris entre 1,0% et 1,5% pour affiner la microstructure bainitique.

Le silicium doit être compris entre 0,5 et 1,0%. Dans cette fourchette, la stabilisation d'austénite résiduelle est rendue possible par l'addition de silicium qui ralentit considérablement la précipitation des carbures lors de la transformation bainitique. Ceci a été corroboré par les inventeurs qui ont noté que la bainite de l'invention est quasiment exempte de carbures. Ceci provient du fait que la solubilité du silicium dans la cémentite est très faible et que cet élément augmente

l'activité du carbone dans l'austénite. Toute formation de cémentite sera donc précédée d'une étape de rejet de Si à l'interface. L'enrichissement de l'austénite en carbone mène donc à sa stabilisation à la température ambiante sur l'acier selon ce premier mode de réalisation. Par la suite, l'application d'une contrainte

5 extérieure à une température inférieure à 200°C par exemple, de mise en forme ou de sollicitation mécanique de type écrouissage ou de type fatigue, peut conduire à la transformation d'une partie de cette austénite en martensite. Cette transformation aura pour résultat d'augmenter la limite élastique. La teneur minimale en silicium doit être fixée à 0,5% en poids pour obtenir l'effet stabilisant

10 sur l'austénite et retarder la formation des carbures. En outre, on observe que, si le silicium est inférieur à 0,5%, la limite d'élasticité n'atteint pas le minimum requis de 700 MPa. Par ailleurs, une addition de silicium en quantité supérieure à 1,0% va induire un excès d'austénite résiduelle ce qui va diminuer la limite d'élasticité. De manière préférentielle, la teneur en silicium sera comprise entre 0,75 et 0,9%

15 afin d'optimiser les effets susmentionnés.

Le niobium doit être compris entre 0,065% et 0,15%. C'est un élément de micro-alliage qui a la particularité de former des précipités durcissants avec le carbone et/ou l'azote. Il permet en outre de retarder la transformation bainitique, en synergie avec les éléments de micro-alliage comme le bore et le molybdène

20 présents dans l'invention. La teneur en niobium doit néanmoins être limitée à 0,15% pour éviter la formation de précipités de grande taille qui peuvent être des sites d'amorçage de fissures et pour éviter les problèmes de perte de ductilité à chaud associés à une précipitation intergranulaire éventuelle de nitrures. En outre, la teneur en niobium doit être supérieure ou égale à 0,065% ce qui, combiné avec

25 le Titane, permet d'avoir un effet stabilisant sur les propriétés mécaniques finales, c'est-à-dire une moindre sensibilité à la vitesse de refroidissement. En effet, il peut former des carbonitrides mixtes avec le Titane et rester stable à des températures relativement élevées, ce qui permet d'éviter le grossissement anormal des grains à haute température, voire ce qui permet un affinement suffisamment important du

30 grain austénitique. Préférentiellement la teneur maximale en Nb est comprise dans la gamme 0,065 % et 0,110% pour optimiser les effets susmentionnés.

La teneur en titane doit être telle que  $0,010 < Ti < 0,1 \%$ . Une teneur

maximale de 0,1 % est tolérée, au dessus le titane aura pour effet d'augmenter le prix et de générer des précipités nocifs pour la tenue en fatigue et l'usinabilité. Une teneur minimale de 0,010% est nécessaire pour contrôler la taille de grain austénitique et pour protéger le bore de l'azote. A titre préférentiel, on choisit un intervalle de teneur en titane compris entre 0,020% et 0,03%.

La teneur en bore doit être comprise entre 10 ppm (0,0010%) et 50 ppm (0,0050%). Cet élément permet de contrôler la formation de ferrite au refroidissement à partir d'une structure entièrement austénitique, car cette ferrite, en quantité élevée diminuerait la résistance mécanique et la limite élastique visées par l'invention. Il s'agit d'un élément trempant. Une teneur minimale de 10 ppm est nécessaire pour éviter la formation de ferrite lors du refroidissement naturel donc en général inférieur à 2°C/s pour les types de pièces visées par l'invention. Cependant, au dessus de 50 ppm le bore aura pour effet de former des Borures de fer qui peuvent être néfastes pour la ductilité. A titre préférentiel on choisit un intervalle de teneur en bore compris entre 20 ppm et 30 ppm pour optimiser les effets susmentionnés.

La teneur en azote doit être comprise entre 10 ppm (0,0010%) et 130 ppm (0,0130%). Une teneur minimale de 10 ppm est nécessaire pour former les carbonitrides sus mentionnés. Cependant, au dessus de 130 ppm l'azote pourra avoir pour effet un durcissement trop élevé de la ferrite bainitique, avec diminution possible de la résilience de la pièce finie. A titre préférentiel, on choisit un intervalle de teneur en azote compris entre 50 ppm et 120 ppm pour optimiser les effets susmentionnés.

La teneur en aluminium doit être inférieure ou égale à 0,050% et de préférence inférieure ou égale à 0,040%, voire inférieure ou égale à 0,020%. A titre préférentiel, la teneur en Al est telle que  $0,003 \% \leq \text{Al} \leq 0,015\%$ . Il s'agit d'un élément résiduel dont on souhaite limiter la teneur. On considère que des teneurs élevées en aluminium accroissent l'érosion des réfractaires et le risque de bouchage des busettes lors de la coulée de l'acier. De plus l'aluminium ségrège négativement et, il peut mener à des macro-ségrégations. En quantité excessive, l'aluminium peut diminuer la ductilité à chaud et augmenter le risque d'apparition de défauts en coulée continue. Sans un contrôle poussé des conditions de coulée,



les défauts de type micro et macro ségrégation donnent, in fine, une ségrégation sur la pièce forgée. Cette structure en bandes est constituée d'alternance de bandes bainitiques avec des duretés différentes ce qui peut nuire à la formabilité du matériau.

5 La teneur en molybdène doit être inférieure ou égale à 1,0 %, de préférence inférieure ou égale à 0,5%. A titre préférentiel on choisit un intervalle de teneur en molybdène compris entre 0,03 et 0,15%. Sa présence est favorable à la formation de la bainite par effet de synergie avec le bore et le niobium. Il permet ainsi de garantir l'absence de ferrite pro-eutectoïde aux joints de grains. Au-delà d'une  
10 teneur de 1,0%, il favorise l'apparition de martensite qui n'est pas recherchée.

La teneur en nickel doit être inférieure ou égale à 1,0%. Une teneur maximale de 1,0% est tolérée, au dessus le nickel aura pour effet d'augmenter le prix de la solution proposée, ce qui risque de diminuer sa viabilité d'un point de vue économique. A titre préférentiel on choisit un intervalle de teneur en nickel  
15 compris entre 0 et 0,55%.

La teneur en vanadium doit être inférieure ou égale à 0,3%. Une teneur maximale de 0,3% est tolérée, au dessus le vanadium aura pour effet d'augmenter le prix de la solution et d'affecter la résilience. A titre préférentiel, dans cette invention, on choisit un intervalle de teneur en vanadium compris entre 0 et 0,2%.

20 Le soufre peut être à différents niveaux selon l'usinabilité recherchée. Il y en aura toujours en faible quantité car c'est un élément résiduel dont on ne peut réduire la valeur à un zéro absolu, mais il peut aussi être ajouté volontairement. On visera une teneur en S moindre si les propriétés de fatigue recherchées sont très élevées. D'une façon générale, on visera entre 0,015 et 0,04%, sachant qu'il  
25 est possible d'en ajouter jusqu'à 0,1% pour améliorer l'usinabilité. En variante, il est également possible d'ajouter en combinaison avec le soufre un ou plusieurs éléments choisis parmi le tellure, le sélénium, le plomb et le bismuth dans des quantités inférieures ou égales à 0,1% pour chaque élément.

Le phosphore doit être inférieur ou égale à 0,050% et de préférence inférieur  
30 ou égal à 0,025%. C'est un élément qui durcit en solution solide mais qui diminue considérablement la soudabilité et la ductilité à chaud, particulièrement en raison

de son aptitude à la ségrégation aux joints de grains ou à sa tendance à la co-ségrégation avec le manganèse. Pour ces raisons, sa teneur doit être limitée à 0,025% afin d'obtenir une bonne aptitude au soudage.

La teneur en cuivre doit être inférieure ou égale à 0,5%. Une teneur maximale de 0,5% est tolérée, car au dessus le cuivre aura pour effet de diminuer l'aptitude à la mise en forme du produit.

Le reste de la composition est constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, telles que par exemple l'arsenic ou l'étain.

Dans des modes de réalisation préférées, les compositions chimiques selon l'invention peuvent en outre remplir les conditions suivantes, prises seules ou en combinaison :

$$0,1 \leq S1 \leq 0,4$$

et

$$0,5 \leq S2 \leq 1,8$$

15

$$0,7 \leq S3 \leq 1,6$$

$$0,3 \leq S4 \leq 1,5$$

avec

$$S1 = Nb + V + Mo + Ti + Al$$

$$S2 = C + N + Cr/2 + (S1)/6 + (Si + Mn - 4 * S) / 10 + Ni/20$$

20

$$S3 = S2 + 1/3 \times Vr600$$

$$S4 = S3 - Vr400$$

dans lesquelles les teneurs des éléments sont exprimées en pourcentage an poids et les vitesses de refroidissement Vr400 et Vr600 sont exprimées en °C/s. Vr400 représente la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température entre 420 et 380°C. Vr600 représente la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température entre 620 et 580°C.

Comme on le verra dans les essais décrits ci-dessous, le critère S1 est corrélé avec la robustesse des propriétés mécaniques face aux variations de

conditions de refroidissement en général et face aux variations de Vr600 en particulier. Le respect des fourchettes de valeur de ce critère permet donc de garantir une très faible sensibilité de la nuance aux conditions de fabrication. Dans un mode de réalisation préféré,  $0,200 \leq S1 \leq 0,4$ , ce qui permet d'améliorer encore la robustesse.

D'autre part, les critères S2 à S4 sont corrélés avec l'obtention d'une structure majoritairement bainitique à plus de 70% pour les nuances selon l'invention, permettant ainsi de garantir l'atteinte des propriétés mécaniques visées.

Selon l'invention, la microstructure de l'acier peut contenir, en proportion surfaciques après le refroidissement final :

- de la bainite en une teneur comprise entre 70 et 100%. Dans le cadre de la présente invention, on entend par bainite, une bainite comprenant moins de 5% en surface de carbures et dont la phase inter-lattes est de l'austénite.
- de l'austénite résiduelle en une teneur inférieure ou égale à 30%
- de la ferrite en une teneur inférieure à 5%. En particulier, si la teneur en ferrite est supérieure à 5%, l'acier selon l'invention présentera une résistance mécanique inférieure aux 1100 MPa visés.

L'acier selon l'invention pourra être fabriqué par le procédé décrit ci-dessous :

- on approvisionne un acier de composition selon l'invention sous forme de bloom, de billette de section carrée rectangle ou ronde, ou sous forme de lingot, puis
- on lamine cet acier sous forme de demi-produit, sous forme de barre ou de fil puis
- on porte le demi-produit à une température de réchauffage ( $T_{rech}$ ) comprise entre 1100°C et 1300°C pour obtenir un demi-produit réchauffé, puis

- on met en forme à chaud le demi-produit réchauffé, la température de fin de mise en forme à chaud étant supérieure ou égale à 850°C pour obtenir une pièce formée à chaud, puis,
- 5 - on refroidit ladite pièce formée à chaud jusqu'à atteindre une température comprise entre 620 et 580°C à une vitesse de refroidissement Vr600 comprise entre 0,10 °C/s et 10 °C/s puis
- on refroidit ladite pièce jusqu'à atteindre une température comprise entre 420 et 380°C à une vitesse de refroidissement Vr400 inférieure à 4°C/s, puis
- 10 - on refroidit la pièce entre 380 °C et 300°C à une vitesse inférieure ou égale à 0,3 °C/s, puis
- on refroidit la pièce jusqu'à la température ambiante à une vitesse inférieure ou égale à 4°C/s, puis,
- 15 - on fait éventuellement subir un traitement thermique de revenu à ladite pièce formée à chaud et refroidie jusqu'à l'ambiante, à une température de revenu comprise entre 300 °C et 450°C pendant une durée comprise entre 30 minutes et 120 minutes, puis
- on réalise l'usinage des pièces.

20 Dans un mode de réalisation préféré, on réalise le traitement thermique de revenu afin de garantir l'obtention de très bonnes propriétés des pièces après refroidissement.

Pour mieux illustrer l'invention, des essais ont été réalisés sur trois nuances.

### Essais

25 Les compositions chimiques des aciers utilisés lors des tests ont été rassemblées dans le tableau 1. La température de réchauffage de ces nuances a été de 1250°C. La température de fin de mise en forme à chaud a été de 1220°C. Les vitesses de refroidissement Vr600 et Vr400 sont indiquées dans le tableau 2. Les pièces ont été refroidies entre 380 et la température ambiante à 0,15°C/s puis usinées. Les conditions de réalisation des essais et les résultats des mesures de  
30 caractérisation ont été rassemblés dans le tableau 2.

Tableau 1

Nuance	C	Si	Mn	P	S	Al	B	Cr	Cu	Mo	N	Ni	Sn	Ti	V	Nb	S1
A	0,183	0,758	1,756	0,002	0,031	0,032	0,0027	1,437	0,001	0,072	0,0090	0,027	0,003	0,030	0,001	0,110	0,245
B	0,183	0,796	1,699	0,013	0,029	0,019	0,0028	1,644	0,001	0,070	0,0089	0,026	0,003	0,027	0,001	0,060	0,177
C	0,178	0,764	1,769	0,005	0,021	0,007	0,0024	1,165	0,006	0,056	0,0059	0,006	0,003	0,023	0,001	0,050	0,137

Tableau 2

Essai	Nuance	Vr600 (°C/s)	Vr400 (°C/s)	S2	S3	S4	Microstructure	Rm (MPa)	Re (MPa)	A %	Z %	Re/Rm	ΔRm	ΔRe
1	A	0,80	0,18	1,192	1,458	1,278	100% bainite	1215	916	15,2	51,1	0,75		
2	A	0,22	0,10	1,192	1,265	1,165	100% bainite	1172	906	14,9	46,3	0,77	43	10
3	B	0,80	0,18	1,283	1,549	1,369	bainite + < 5% de martensite	1319	1036	14,9	52,2	0,79		
4	B	0,22	0,10	1,283	1,356	1,256	bainite + < 5% de martensite	1220	932	13,4	42,9	0,76	99	104
5	C	0,80	0,18	1,034	1,301	1,121	100% bainite	1165	883	14,8	48,1	0,76		
6	C	0,22	0,10	1,034	1,108	1,008	100% bainite	1042	749	16,7	42,7	0,72	123	134

Les résultats de ces essais ont été représentés graphiquement sous forme de 4 figures. La figure 1 montre la variation de la résistance mécanique à la rupture  $R_m$  en fonction de la vitesse de refroidissement  $V_{r600}$  pour les nuances A et B. La figure 2 montre la variation de la limite élastique  $R_e$  en fonction de la vitesse de refroidissement  $V_{r600}$  pour les nuances A et B.

On constate que la nuance selon l'invention présente une grande stabilité de ses propriétés mécaniques lorsque les conditions de refroidissement varient. La nuance est donc beaucoup plus robuste face aux variations de conditions de procédé que les nuances selon l'art antérieur.

Par ailleurs, la figure 3 montre le delta de la résistance mécanique à la rupture  $R_m$  en fonction du critère  $S_1$  pour les nuances A, B et C. De même, la figure 4 montre le delta de la limite élastique  $R_e$  en fonction du critère  $S_1$  pour les nuances A, B et C.

On constate que la sensibilité aux conditions de refroidissement est d'autant plus faible que la valeur de  $S_1$  est élevée.

L'invention sera notamment utilisée avec profit pour la fabrication de pièces formées à chaud et en particulier, forgées à chaud, pour applications dans les véhicules terrestres à moteur. Elle trouve également des applications dans la fabrication de pièces pour bateaux ou dans le domaine de la construction, notamment pour la fabrication de barres vissables pour coffrages.

D'une façon générale, l'invention pourra être mise en œuvre pour la fabrication de tous types de pièces nécessitant d'atteindre les propriétés visées

**REVENDEICATIONS**

1- Pièce dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en pourcentage en poids,

- 5  $0,10 \leq C \leq 0,30$   
 $1,6 \leq Mn \leq 2,1$   
 $0,5 \leq Cr \leq 1,7$   
 $0,5 \leq Si \leq 1,0$   
 $0,065 \leq Nb \leq 0,15$   
 $0,0010 \leq B \leq 0,0050$   
10  $0,0010 \leq N \leq 0,0130$   
 $0 \leq Al \leq 0,060$   
 $0 \leq Mo \leq 1,00$   
 $0 \leq Ni \leq 1,0$   
 $0,01 \leq Ti \leq 0,07$   
15  $0 \leq V \leq 0,3$   
 $0 \leq P \leq 0,050$   
 $0,01 \leq S \leq 0,1$   
 $0 \leq Cu \leq 0,5$   
 $0 \leq Sn \leq 0,1$
- 20 le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés inévitables résultant de l'élaboration, la microstructure étant constituée, en proportions surfaciques, de 100 à 70 % de bainite, de moins de 30% d'austénite résiduelle et de moins de 5% de ferrite.

2- Pièce selon la revendication 1, dont les teneurs en niobium, vanadium, 25 molybdène, titane et aluminium sont telles que :

$$0,1 \leq S1 \leq 0,4$$

$$\text{avec } S1 = Nb + V + Mo + Ti + Al$$

3- Pièce selon la revendication 2, dont les teneurs en carbone, azote, chrome, silicium, manganèse, soufre et nickel sont telles que :

- 30  $0,5 \leq S2 \leq 1,8$   
 $0,7 \leq S3 \leq 1,6$

$$0,3 \leq S4 \leq 1,5$$

avec  $S2 = C + N + Cr/2 + (S1)/6 + (Si + Mn - 4 * S) / 10 + Ni/20$

$$S3 = S2 + 1/3 \times Vr600$$

5  $S4 = S3 - Vr400$

10 Vr400 et Vr600 étant exprimées en °C/s, Vr400 représentant la vitesse de refroidissement de la pièce dans l'intervalle de température entre 420 et 380°C et Vr600 représentant la vitesse de refroidissement de la pièce dans l'intervalle de température entre 620 et 580°C.

4- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes, dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids

$$0,15 \leq C \leq 0,27$$

15 5- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes, dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids

$$1,7 \leq Mn \leq 2,0$$

6- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids

$$1,0\% \leq Cr \leq 1,5$$

20 7- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0,75 \leq Si \leq 0,9$$

8- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

25  $0,065 \leq Nb \leq 0,110$

9- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0,0020 \leq B \leq 0,0030$$



10- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0,0050 \leq N \leq 0,0120$$

5 11- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0,003 \leq Al \leq 0,015$$

12- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0 \leq Ni \leq 0,55$$

10 13- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

$$0 < V \leq 0,2$$

14- Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la composition comprend, la teneur étant exprimée en pourcentage en poids :

15 
$$0,03 < Mo \leq 0,15$$

15 - Pièce selon l'une quelconque des revendications précédentes dont la structure comporte 0% de ferrite.

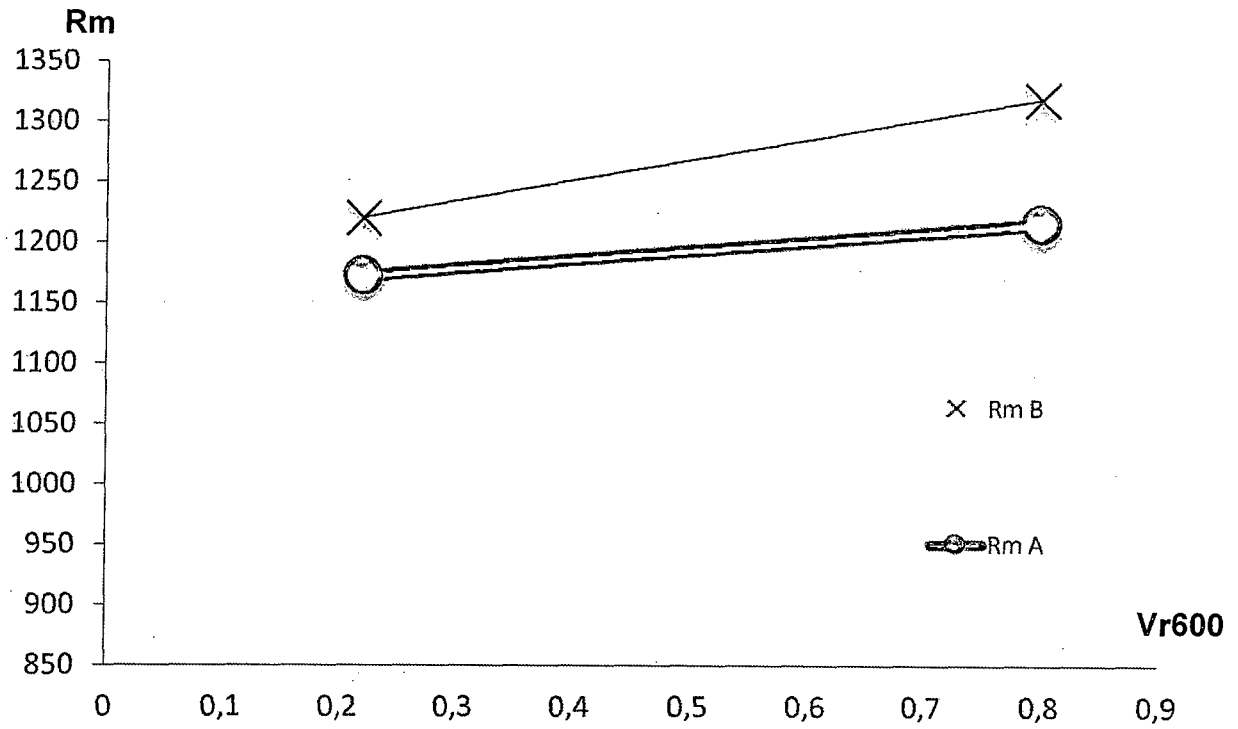
16 - Procédé de fabrication d'une pièce en acier comprenant les étapes successives suivantes :

- 20
- on approvisionne un acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 sous forme de bloom, de billette de section carrée rectangle ou ronde , ou sous forme de lingot, puis
  - on lamine cet acier sous forme de demi-produit, sous forme de barre ou de fil puis
- 25
- on porte ledit demi-produit à une température de réchauffage ( $T_{rech}$ ) comprise entre 1100°C et 1300°C pour obtenir un demi-produit réchauffé, puis

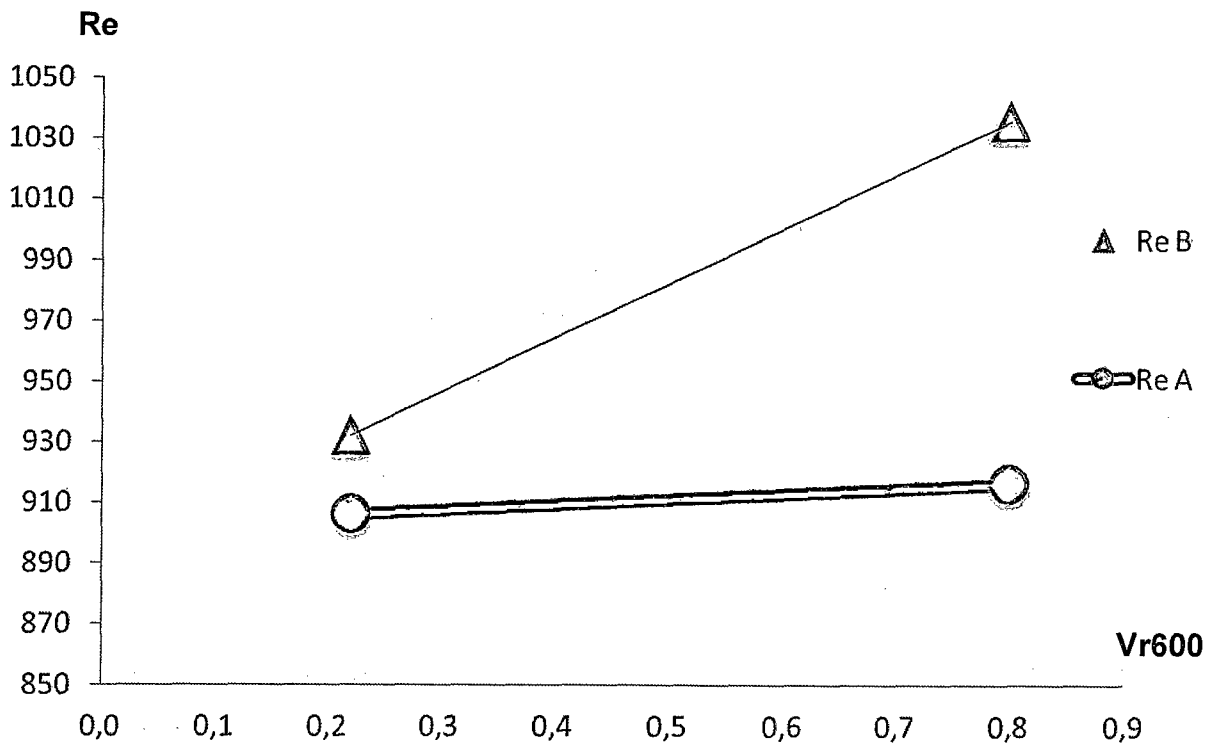
- on met en forme à chaud ledit demi-produit réchauffé, la température de fin de mise en forme à chaud étant supérieure ou égale à 850°C pour obtenir une pièce formée à chaud, puis,
- on refroidit ladite pièce formée à chaud jusqu'à atteindre une température comprise entre 620 et 580°C à une vitesse de refroidissement Vr600 comprise entre 0,10 °C/s et 10 °C/s puis
- on refroidit ladite pièce jusqu'à atteindre une température comprise entre 420 et 380°C à une vitesse de refroidissement Vr400 inférieure à 4°C/s, puis
- on refroidit la pièce entre 380 °C et 300°C à une vitesse inférieure ou égale à 0,3 °C/s, puis
- on refroidit la pièce jusqu'à la température ambiante à une vitesse inférieure ou égale à 4°C/s, puis,
- on fait éventuellement subir un traitement thermique de revenu à ladite pièce formée à chaud et refroidie jusqu'à l'ambiante, à une température de revenu comprise entre 300 °C et 450°C pendant une durée comprise entre 30 minutes et 120 minutes, puis
- on réalise l'usinage des pièces.

# 1 / 2

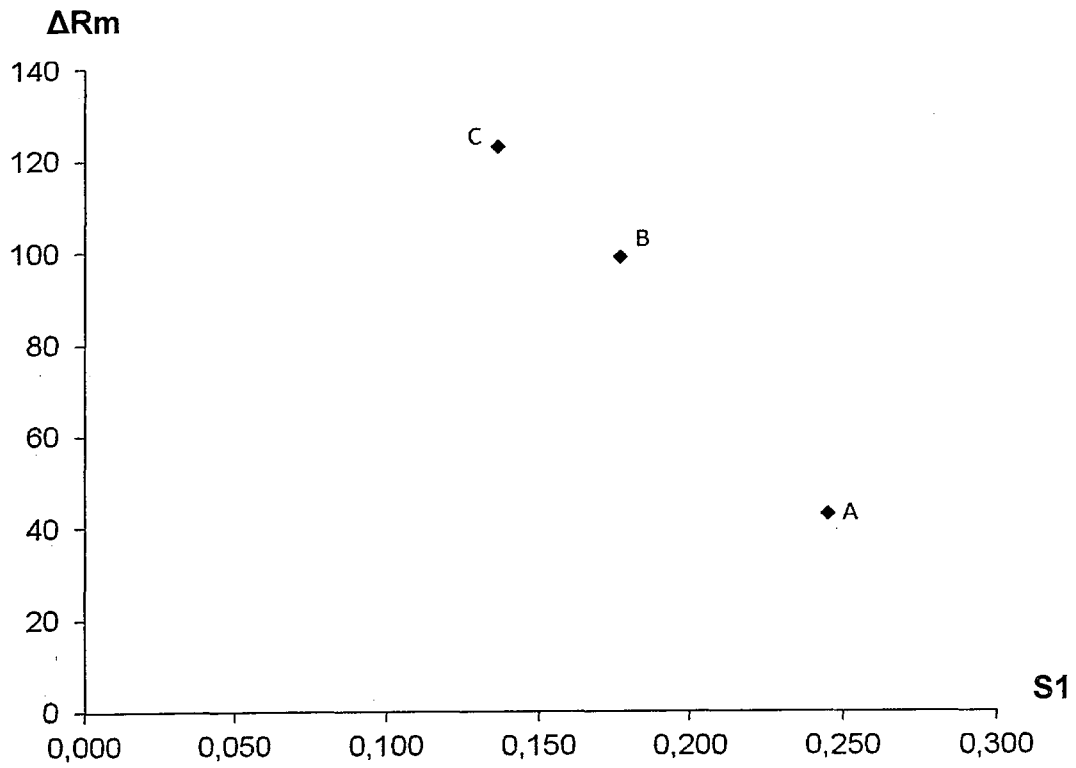
**Fig. 1**



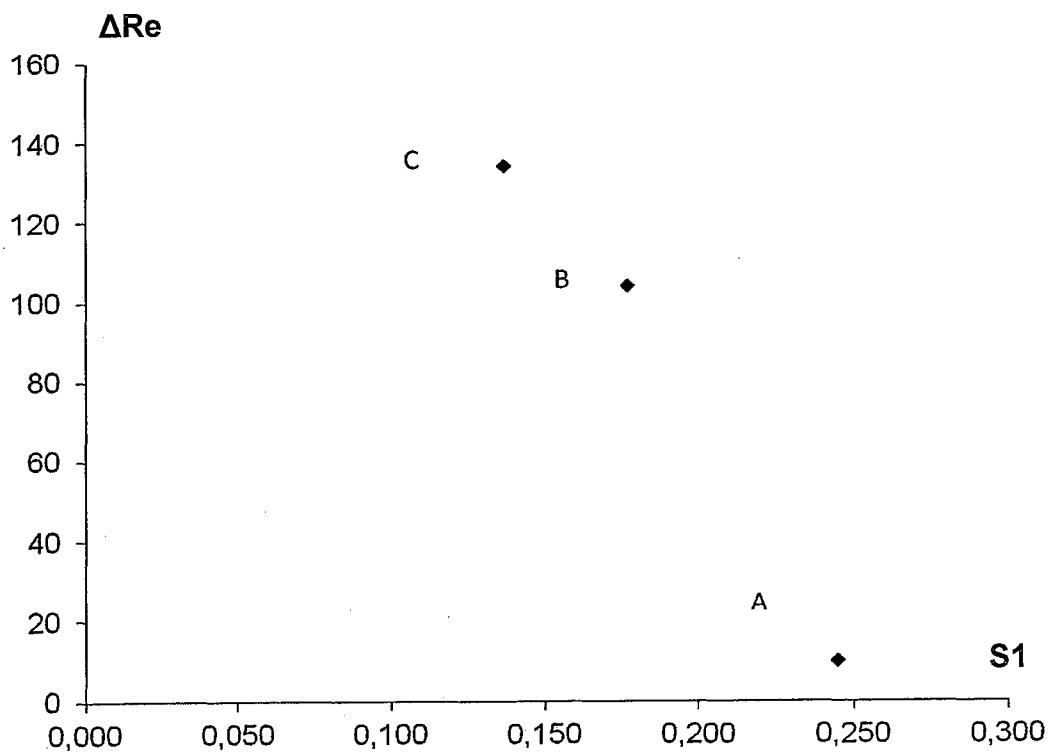
**Fig. 2**



**Fig. 3**



**Fig. 4**



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/IB2016/000343
---

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 INV. C22C38/04 C22C38/12 C22C38/22 C22C38/26 C22C38/28  
 C22C38/32 C22C38/38  
 ADD.  
 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**  
 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 C22C C21D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
 EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2009/138586 A2 (ARCELORMITTAL GANDRANGE [FR]; RESIAK BERNARD [FR]; CONFENTE MARIO [FR]) 19 November 2009 (2009-11-19) tables 1,2	1-16
A	----- WO 2007/074984 A1 (POSCO [KR]; LEE SANG-YOON [KR]; LEE DUK-LAK [KR]; CHOI SANG-WOO [KR]) 5 July 2007 (2007-07-05) claims 1-4; table 1	1-16
A	----- US 6 558 484 B1 (ONOE HIROSHI [JP] ET AL) 6 May 2003 (2003-05-06) table 1	1-16
A	----- WO 2014/163431 A1 (TAEYANG METAL IND CO LTD [KR]) 9 October 2014 (2014-10-09) table 1 -----	1-16

Further documents are listed in the continuation of Box C.       See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search  <b>23 June 2016</b>	Date of mailing of the international search report  <b>07/07/2016</b>
--	---

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  <b>Badcock, Gordon</b>
--	--

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/IB2016/000343
---

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2009138586 A2	19-11-2009	FR 2931166 A1 WO 2009138586 A2	20-11-2009 19-11-2009
-----			
WO 2007074984 A1	05-07-2007	CN 101346481 A JP 5281413 B2 JP 2009521600 A KR 100723186 B1 WO 2007074984 A1	14-01-2009 04-09-2013 04-06-2009 29-05-2007 05-07-2007
-----			
US 6558484 B1	06-05-2003	NONE	
-----			
WO 2014163431 A1	09-10-2014	EP 2982771 A1 KR 20140121229 A WO 2014163431 A1	10-02-2016 15-10-2014 09-10-2014
-----			

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/IB2016/000343

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**

INV. C22C38/04 C22C38/12 C22C38/22 C22C38/26 C22C38/28  
 C22C38/32 C22C38/38

ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
 C22C C21D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 2009/138586 A2 (ARCELORMITTAL GANDRANGE [FR]; RESIAK BERNARD [FR]; CONFENTE MARIO [FR]) 19 novembre 2009 (2009-11-19) tableaux 1,2	1-16
A	WO 2007/074984 A1 (POSCO [KR]; LEE SANG-YOON [KR]; LEE DUK-LAK [KR]; CHOI SANG-WOO [KR]) 5 juillet 2007 (2007-07-05) revendications 1-4; tableau 1	1-16
A	US 6 558 484 B1 (ONOE HIROSHI [JP] ET AL) 6 mai 2003 (2003-05-06) tableau 1	1-16
A	WO 2014/163431 A1 (TAEYANG METAL IND CO LTD [KR]) 9 octobre 2014 (2014-10-09) tableau 1	1-16

 Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

 Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

## \* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

23 juin 2016

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

07/07/2016

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Badcock, Gordon

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/IB2016/000343

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2009138586 A2	19-11-2009	FR 2931166 A1 WO 2009138586 A2	20-11-2009 19-11-2009
-----			
WO 2007074984 A1	05-07-2007	CN 101346481 A JP 5281413 B2 JP 2009521600 A KR 100723186 B1 WO 2007074984 A1	14-01-2009 04-09-2013 04-06-2009 29-05-2007 05-07-2007
-----			
US 6558484 B1	06-05-2003	AUCUN	
-----			
WO 2014163431 A1	09-10-2014	EP 2982771 A1 KR 20140121229 A WO 2014163431 A1	10-02-2016 15-10-2014 09-10-2014
-----			