

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale
WO 2018/220412 A1

(43) Date de la publication internationale
06 décembre 2018 (06.12.2018)

WIPO | PCT

(51) Classification internationale des brevets :

C22C 38/00 (2006.01) *C22C 38/06* (2006.01)
C21D 8/00 (2006.01) *C22C 38/08* (2006.01)
C21D 8/02 (2006.01) *C22C 38/12* (2006.01)
C21D 9/00 (2006.01) *C22C 38/14* (2006.01)
C23C 2/06 (2006.01) *C22C 38/18* (2006.01)
C23C 2/40 (2006.01) *C22C 38/38* (2006.01)
C21D 9/46 (2006.01) *C22C 38/40* (2006.01)
C22C 38/02 (2006.01) *C22C 38/44* (2006.01)
C22C 38/04 (2006.01) *C21D 1/673* (2006.01)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

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

(72) **Inventeurs** : COBO, Sebastian ; 27, rue des Quarres, 57130 Ancy-sur-Moselle (FR). ALLELY, Christian ; ArcelorMittal R&D, Voie Romande - BP 30320, 57283 Maizières-les-Metz (FR). BEAUVAIS, Martin ; 4, rue Lois Mojorelle, 57535 Marange Silvanche (FR). AOUAFI, Anis ; 1 bis, rue Haute, 57280 Seves (FR). LUCAS, Emmanuel ; 87 bis, rue Georges Ducreux, 57000 Metz (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/IB2017/000677

(22) Date de dépôt international :

01 juin 2017 (01.06.2017)

(74) **Mandataire** : PLAISANT, Sophie ; ArcelorMittal France R&D Intellectual Property, 6, rue André Campra, Immeuble Le Cézanne, 93212 La Plaine Saint-Denis Cedex (FR).

(54) **Title**: METHOD FOR PRODUCING HIGH-STRENGTH STEEL PARTS WITH IMPROVED DUCTILITY, AND PARTS OBTAINED BY SAID METHOD

(54) **Titre** : PROCEDE DE FABRICATION DE PIECES D'ACIER A HAUTE RESISTANCE MECANIQUE ET DUCTILITE AMELIOREE, ET PIECES OBTENUES PAR CE PROCEDE

$$2.6C + \frac{Mn}{5.3} + \frac{Cr}{13} + \frac{Si}{15} \geq 1,1\% \quad (I)$$

$$\frac{(Ni_{max} + Ni_{nom})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6, \quad (II)$$

$$\frac{(Ni_{max} - Ni_{nom})}{\Delta} \geq 0,01 \quad (III)$$

(57) **Abstract**: The invention relates to a rolled steel sheet for press hardening, the chemical composition of which comprises, in weight percentages: $0.24\% \leq C \leq 0.38\%$, $0.40\% \leq Mn \leq 3\%$, $0.10\% \leq Si \leq 0.70\%$, $0.015\% \leq Al \leq 0.070\%$, $0\% \leq Cr \leq 2\%$, $0.25\% \leq Ni \leq 2\%$, $0.015\% \leq Ti \leq 0.10\%$, $0\% \leq Nb \leq 0.060\%$, $0.0005\% \leq B \leq 0.0040\%$, $0.003\% \leq N \leq 0.010\%$, $0.0001\% \leq S \leq 0.005\%$, $0.0001\% \leq P \leq 0.025\%$, the titanium and nitrogen contents satisfying: $Ti/N > 3.42$, and the carbon, manganese, chromium and silicon contents satisfying: formula (I), the chemical composition optionally comprising one or more of the following elements: $0.05\% \leq Mo \leq 0.65\%$, $0.001\% \leq W \leq 0.30\%$, $0.0005\% \leq Ca \leq 0.005\%$, the remainder consisting of iron and unavoidable impurities resulting from the preparation, the sheet having a nickel Ni_{surf} content at any point of the steel in the vicinity of the surface of said sheet over a depth Δ , such that: $Ni_{surf} > Ni_{nom}$, Ni_{nom} being the nominal nickel content of the steel, and such that, Ni_{max} being the maximum nickel content in formula (II), and such that: formula (III), and the surface density of all of the particles D_i and the surface density of the particles larger than 2 micrometres $D_{(>2\mu m)}$ satisfy, at least over a depth of 100 micrometres in the vicinity of the surface of said sheet: $D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)} < 270 D_i$ and $D_{(>2\mu m)}$ being expressed as a number of particles per square millimetre.

(57) **Abrégé** : L'invention concerne une tôle d'acier laminée, pour durcissement sous presse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,24\% \leq C \leq 0,38\%$, $0,40\% \leq Mn \leq 3\%$, $0,10\% \leq Si \leq 0,70\%$, $0,015\% \leq Al \leq 0,070\%$, $0\% \leq Cr \leq 2\%$, $0,25\% \leq Ni \leq 2\%$, $0,015\% \leq Ti \leq 0,10\%$, $0\% \leq Nb \leq 0,060\%$, $0,0005\% \leq B \leq 0,0040\%$, $0,003\% \leq N \leq 0,010\%$, $0,0001\% \leq S < 0,005\%$, $0,0001\% \leq P \leq 0,025\%$, étant entendu que les teneurs en titane et en azote satisfont à : $Ti/N > 3,42$, et que les teneurs en carbone, manganèse, chrome et silicium satisfont à : formule (I), la composition chimique comprenant optionnellement un ou plusieurs des éléments suivants: $0,05\% \leq Mo \leq 0,65\%$, $0,001\% \leq W \leq 0,30\%$, $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration, la tôle contenant une teneur en nickel Ni_{surf} en tout point de l'acier au voisinage de la surface de ladite tôle sur une profondeur Δ , telle que : $Ni_{surf} > Ni_{nom}$, Ni_{nom} désignant la teneur



WO 2018/220412 A1

(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, DJ, 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, KH, KN, KP, KR, KW, 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))

nominales en nickel de l'acier, et telle que, $N_{i_{max}}$ désignant la teneur maximale en nickel au sein de la formule (II), et telle que : formule (III), et et la densité surfacique de toutes les particules D_i et la densité surfacique des particules de taille supérieure à 2 micromètres $D_{(>2_{\mu m})}$ satisfont, au moins sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de ladite tôle, à : $D_i + 6,75 D_{(>2_{\mu m})} < 270 D_i$ et $D_{(>2_{\mu m})}$ étant exprimées en nombre de particules par millimètres carrés.

**PROCEDE DE FABRICATION DE PIECES D'ACIER A HAUTE
RESISTANCE MECANIQUE ET DUCTILITE AMELIOREE,
ET PIECES OBTENUES PAR CE PROCEDE**

5

L'invention s'inscrit dans le domaine des tôles d'acier destinées à obtenir des pièces à très haute résistance mécanique après durcissement sous presse. On sait que le durcissement par trempe sous presse (ou « press hardening ») consiste à chauffer des flans d'acier à une température
10 suffisante pour obtenir une transformation austénitique, puis à emboutir à chaud les flans en les maintenant au sein de l'outillage de la presse de façon à obtenir des microstructures de trempe. Selon une variante du procédé, un pré-emboutissage à froid peut être effectué préalablement sur les flans avant
15 chauffage et durcissement sous presse. Ces flans peuvent être pré-revêtus, par exemple d'alliage d'aluminium ou de zinc. Dans ce cas, lors du chauffage en four, le pré-revêtement s'allie par diffusion avec le substrat d'acier pour former un composé assurant une protection de la surface de la pièce contre la décarburation et la formation de calamine. Ce composé est apte à la mise
20 en forme à chaud.

Les pièces ainsi obtenues sont notamment utilisées comme éléments de structure dans les véhicules automobiles pour assurer des fonctions d'anti-intrusion ou d'absorption d'énergie. On citera ainsi par exemple à titre
25 d'application les traverses de pare-choc, renforts de portière ou de pied milieu ou les longerons. De telles pièces durcies sous presse peuvent être aussi utilisées par exemple pour la fabrication d'outils ou de pièces de machines agricoles.

Les exigences de réduction de la consommation d'énergie des véhicules automobiles poussent à rechercher un allègement des véhicules
30 encore accru grâce à l'utilisation de pièces dont le niveau de résistance mécanique serait encore plus élevé, c'est-à-dire dont la résistance R_m serait supérieure à 1800 MPa. Or un tel niveau de résistance est généralement associé à une microstructure totalement ou très majoritairement

martensitique. Il est connu que ce type de microstructure présente une moindre résistance à la fissuration différée : après durcissement à la presse, les pièces fabriquées peuvent être en effet susceptibles de fissurer ou de rompre après un certain délai.

5 La publication WO2016016707 divulgue un procédé de fabrication de pièces et une tôle d'acier laminée pour durcissement sous presse qui permet d'obtenir simultanément une très haute résistance mécanique R_m supérieure ou égale à 1800 MPa, une résistance élevée à la fissuration différée après durcissement sous presse, et de disposer d'une large gamme d'épaisseur en
10 tôle laminée à froid. Pour ce faire, la teneur de nickel de la composition chimique de la tôle est comprise entre 0,25% et 2% et se trouve concentrée en surface de la tôle ou de la pièce sous une forme spécifique. Un tel enrichissement en nickel forme un effet barrière à la pénétration de l'hydrogène et freine ainsi la diffusion de l'hydrogène.

15 Plus précisément, la tôle d'acier de la publication WO2016016707 présente une composition chimique qui comprend, les teneurs étant exprimées en poids : $0,24\% \leq C \leq 0,38\%$, $0,40\% \leq Mn \leq 3\%$, $0,10\% \leq Si \leq 0,70\%$, $0,015\% \leq Al \leq 0,070\%$, $0\% \leq Cr \leq 2\%$, $0,25\% \leq Ni \leq 2\%$, $0,015\% \leq Ti \leq 0,10\%$, $0\% \leq Nb \leq 0,060\%$, $0,0005\% \leq B \leq 0,0040\%$, $0,003\% \leq N \leq 0,010\%$, $0,0001$
20 $\% \leq S \leq 0,005\%$, $0,0001\% \leq P \leq 0,025\%$, étant entendu que les teneurs en titane et en azote satisfont à $Ti/N > 3,42$, et que les teneurs en carbone,

manganèse, chrome et silicium satisfont à : $2.6C + \frac{Mn}{5.3} + \frac{Cr}{13} + \frac{Si}{15} \geq 1,1\%$, la

composition chimique comprenant optionnellement un ou plusieurs des
25 éléments suivants: $0,05\% \leq Mo \leq 0,65\%$, $0,001\% \leq W \leq 0,30\%$, $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$, le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration, la tôle contenant une teneur en nickel Ni_{surf} en tout point de l'acier au voisinage de la surface de ladite tôle sur une profondeur Δ , telle que : $Ni_{surf} > Ni_{nom}$, Ni_{nom} désignant la teneur nominale en nickel de l'acier, et telle que, Ni_{max} désignant la teneur maximale en nickel au sein de

30 $\Delta : \frac{(Ni_{max} + Ni_{nom})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6$, et telle que : $\frac{(Ni_{max} - Ni_{nom})}{\Delta} \geq 0,01$, la profondeur

Δ étant exprimée en micromètres, les teneurs Ni_{\max} et Ni_{nom} étant exprimées en pourcentages en poids.

En outre, la publication WO2016016707 divulgue un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud qui prévoit notamment une
5 étape de réchauffage des brames à une température comprise entre 1250 et 1300°C pendant une durée de maintien comprise entre 20 et 45 minutes. Cette gamme spécifique de température et de durée de maintien de réchauffage des brames assure la diffusion du nickel vers l'interface entre la couche d'oxyde formée et le substrat d'acier, causant l'apparition de la
10 couche enrichie en nickel.

Les pièces d'acier obtenues avec la composition chimique et le procédé divulgués dans la publication WO2016016707 sont particulièrement adaptées, de par leur résistance très élevée, pour la fabrication de pièces anti-intrusion de véhicules automobiles.

15 Certaines pièces ou parties de pièces des éléments de structure des véhicules automobiles doivent présenter une fonctionnalité préférentielle relative à leur capacité d'absorber de l'énergie, notamment lors d'un choc. C'est notamment le cas des longerons et des parties basses des renforts de pied milieu.

20 La publication WO2017006159 divulgue une tôle d'acier et un procédé de fabrication associé qui assurent à la tôle d'acier une très bonne ductilité caractérisée par un angle de pliage supérieur à 80°.

Les pièces résultantes sont appropriées pour former des éléments de structure, ou partie d'élément de structure de véhicule automobile,
25 particulièrement résistants aux chocs. Mais la résistance mécanique de la tôle d'acier de la publication WO2017006159 est nettement inférieure à 1800 MPa, ce qui ne permet pas de répondre aux exigences les plus élevées en termes de propriétés anti-intrusion.

C'est pourquoi, certains éléments de structures de véhicule
30 automobiles qui présentent à la fois une partie dont la fonctionnalité préférentielle est la résistance mécanique et une autre partie dont la fonctionnalité préférentielle est l'absorption d'énergie, peuvent être réalisés

par exemple par soudage d'une pièce obtenues selon la publication WO2016016707 et d'une pièce obtenue selon la publication WO2017006159.

Or le soudage nécessite la réalisation d'une opération supplémentaire de fabrication des pièces, ce qui augmente les coûts et la durée de fabrication. En outre, il faut s'assurer que ce soudage ne diminue pas la
5 résistance de la pièce finale aux abords de la soudure, ce qui nécessite un contrôle précis des paramètres de soudage. Il existe donc un besoin de réaliser en une seule pièce les éléments de structures qui combinent les fonctionnalités de résistance mécanique élevée et de haute capacité
10 d'absorption d'énergie.

Il existe également le besoin de disposer de pièces embouties à chaud avec une ductilité satisfaisante, c'est-à-dire présentant un angle de pliage supérieur ou égal à 50°.

C'est pourquoi, l'invention a pour principal objectif la réalisation d'une
15 tôle d'acier présentant à la fois une résistance mécanique élevée caractérisée par une résistance à la traction R_m supérieure à 1800 MPa, et une ductibilité améliorée. Ces deux caractéristiques sont à priori difficiles à concilier puisqu'il est bien connu qu'une augmentation de la résistance mécanique entraîne généralement une diminution de la ductilité.

20 Une autre propriété recherchée pour les pièces de sécurité et les éléments de structures de véhicules automobiles est la diminution de la sensibilité à différentes formes d'endommagement par l'hydrogène, notamment à la corrosion sous contrainte, en milieu aqueux comme en milieu salin.

25 C'est pourquoi l'invention a également pour objectif la réalisation d'une tôle d'acier présentant une résistance améliorée à la corrosion sous contrainte.

À cet effet, la tôle d'acier laminée de l'invention destinée à être durcie sous presse, est essentiellement caractérisée en ce que sa composition
30 chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

soit $0,24\% \leq C \leq 0,38\%$ et $0,40\% \leq Mn \leq 3\%$,

soit $0,38\% < C \leq 0,43\%$ et $0,05\% \leq Mn < 0,4\%$

$$0,10\% \leq \text{Si} \leq 1,70\%$$

$$0,015\% \leq \text{Al} \leq 0,070\%$$

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

$$0,25\% \leq \text{Ni} \leq 2\%$$

$$0,015\% \leq \text{Ti} \leq 0,10\%$$

$$0\% \leq \text{Nb} \leq 0,060\%$$

$$0,0005\% \leq \text{B} \leq 0,0040\%$$

$$0,003\% \leq \text{N} \leq 0,010\%$$

$$0,0001\% \leq \text{S} \leq 0,005\%$$

$$0,0001\% \leq \text{P} \leq 0,025\%$$

étant entendu que les teneurs en titane et en azote satisfont à :

$$\text{Ti/N} > 3,42,$$

et que les teneurs en carbone, manganèse, chrome et silicium

satisfont à :

$$2,6C + \frac{\text{Mn}}{5,3} + \frac{\text{Cr}}{13} + \frac{\text{Si}}{15} \geq 1,1\%$$

la composition chimique comprenant optionnellement un ou plusieurs
des éléments suivants:

$$0,05\% \leq \text{Mo} \leq 0,65\%$$

$$0,001\% \leq \text{W} \leq 0,30\%$$

$$0,0005\% \leq \text{Ca} \leq 0,005\%$$

le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de
l'élaboration,

ladite tôle contenant une teneur en nickel Ni_{surf} en tout point de l'acier
au voisinage de la surface de ladite tôle sur une profondeur Δ , telle
que :

$$Ni_{\text{surf}} > Ni_{\text{nom}},$$

Ni_{nom} désignant la teneur nominale en nickel de l'acier,
et telle que, Ni_{max} désignant la teneur maximale en nickel au sein de Δ

$$\frac{(Ni_{\text{max}} + Ni_{\text{nom}})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6,$$

et telle que :

$$\frac{(Ni_{\max} - Ni_{\text{nom}})}{\Delta} \geq 0,01$$

la profondeur Δ étant exprimée en micromètres,

les teneurs Ni_{\max} et Ni_{nom} étant exprimées en pourcentages en poids,

5 et telle que la densité surfacique de l'ensemble des particules D_i et la densité surfacique des particules de taille supérieure à 2 micromètres $D_{(>2\mu\text{m})}$ satisfont, au moins sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de ladite tôle, à :

$$10 \quad D_i + 6,75 D_{(>2\mu\text{m})} < 270$$

D_i et $D_{(>2\mu\text{m})}$ étant exprimées en nombre de particules par millimètres carrés.

La tôle d'acier laminée de l'invention peut également comporter les
15 caractéristiques optionnelles suivantes considérées isolément ou selon toutes les combinaisons techniques possibles :

- la composition comprend, en poids :

$$0,39\% \leq C \leq 0,43\%$$

$$20 \quad 0,09\% \leq Mn \leq 0,11\%$$

- la composition comprend, en poids :

$$0,95\% \leq Cr \leq 1,05\%$$

- la composition comprend, en poids :

$$0,48 \% \leq Ni \leq 0,52\%.$$

- 25 - la composition comprend en poids :

$$1,4\% \leq Si \leq 1,70\%$$

- la microstructure de la tôle d'acier est ferrito-perlitique.

- la tôle d'acier est une tôle laminée à chaud.

- la tôle d'acier est une tôle laminée à froid et recuite.

- 30 - la tôle d'acier est pré-revêtue d'une couche métallique d'aluminium ou d'alliage d'aluminium ou à base d'aluminium.

- la tôle d'acier est pré-revêtue d'une couche métallique de zinc ou d'alliage de zinc ou à base de zinc.
- la tôle d'acier est pré-revêtue d'une couche ou de plusieurs couches d'alliages intermétalliques contenant de l'aluminium et du fer, et éventuellement du silicium, le pré-revêtement ne contenant pas d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $Fe_3Si_2Al_{12}$, et τ_6 du type $Fe_2Si_2Al_9$.

L'invention a également pour objet une pièce obtenue par durcissement sous presse d'une tôle d'acier de composition selon l'un quelconque des modes ci-dessus de structure martensitique ou martensito-bainitique, et pour laquelle la densité surfacique de l'ensemble des particules D_i et la densité surfacique des particules de taille supérieure à 2 micromètres $D_{(>2\mu m)}$ satisfont, au moins sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de ladite pièce, à :

$$D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)} < 270$$

D_i et $D_{(>2\mu m)}$ étant exprimées en nombre de particules par mm^2

La pièce de l'invention peut également comporter les caractéristiques optionnelles suivantes considérées isolément ou selon toutes les combinaisons techniques possibles :

- la pièce présente au moins dans le sens de laminage un angle de pliage supérieur à 50° .
- les teneurs en manganèse, phosphore, chrome, molybdène et silicium de la pièce satisfont à :

$$[455Exp(-0.5[Mn + 25P]) + [390Cr + 50Mo] + 7Exp(1.3Si)] [6 - 1.22 \times 10^{-9} \sigma_y^3] [C_{SCC}] \geq 750$$

σ_y étant la limite d'élasticité qui est comprise entre 1300 et 1600 MPa, et C_{SCC} étant égal à 1 pour une tôle non revêtue, et égal à 0,7 pour une tôle revêtue.

- la pièce contient une teneur nominale en nickel Ni_{nom} , caractérisée en ce que la teneur en nickel Ni_{surf} dans l'acier au voisinage de la surface

est supérieure à Ni_{nom} sur une profondeur Δ , et en ce que, Ni_{max} désignant la teneur maximale en nickel au sein de Δ :

$$\frac{(Ni_{max} + Ni_{nom})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6,$$

et en ce que :

$$\frac{(Ni_{max} - Ni_{nom})}{\Delta} \geq 0,01$$

la profondeur Δ étant exprimée en micromètres,

les teneurs Ni_{max} et Ni_{nom} étant exprimées en pourcentages en poids.

- la résistance mécanique R_m de la pièce est supérieure ou égale à 1800 MPa.
- la pièce est revêtue d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, ou d'un alliage de zinc ou à base de zinc résultant de la diffusion entre le substrat d'acier et le pré-revêtement, lors du traitement thermique de durcissement sous presse

L'invention porte également sur un procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud comportant les étapes successives selon lesquelles :

- on élabore un acier liquide dans lequel on ajoute du manganèse, du silicium, du niobium et du chrome, les additions étant effectuées dans une enceinte sous vide, puis
- on réalise une désulfuration du métal liquide sans augmenter sa teneur en azote, puis
- on ajoute du titane, les dites additions étant réalisées de façon à obtenir un métal liquide de composition chimique telle que précédemment définie, puis
- on coule un demi-produit, puis
- on réchauffe ledit demi-produit à une température comprise entre 1250 et 1300°C pendant une durée de maintien à cette température comprise entre 20 et 45 minutes, puis
- on lamine à chaud ledit-demi produit jusqu'à une température de fin de laminage TFL comprise entre 825 et 950 °C, pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis

- on bobine ladite tôle laminée à chaud, à une température comprise entre 500 et 750°C, pour obtenir une laminée à chaud et bobinée, puis
- on découpe la couche d'oxyde formée lors des étapes précédentes.

L'invention porte également sur un procédé de fabrication d'une tôle
5 d'acier laminée à chaud, puis laminée à froid et recuite, comportant comporte les étapes successives selon lesquelles :

- on approvisionne une tôle laminée à chaud, bobinée et décapée, fabriquée par le procédé précédemment énoncé puis,
- on lamine à froid ladite tôle laminée à chaud, bobinée et décapée, pour
10 obtenir une tôle laminée à froid, puis
- on recuit ladite tôle laminée à froid à une température comprise entre 740 et 820 °C pour obtenir une tôle laminée à froid et recuite.

L'invention porte également une un procédé de de fabrication d'une tôle pré-revêtue, selon lequel on approvisionne une tôle laminée fabriquée selon
15 l'un quelconque des deux procédés précédemment définis, puis on effectue un pré-revêtement en continu au trempé, ledit pré-revêtement étant de l'aluminium ou un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, ou du zinc ou un alliage de zinc ou à base de zinc.

L'invention porte également sur un procédé de fabrication d'une tôle pré-
20 revêtue et pré-alliée, selon lequel :

- on approvisionne une tôle laminée selon l'un quelconque des deux procédés précédemment définis, puis on effectue un pré-revêtement en continu au trempé d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, puis
- on effectue un pré-traitement thermique de ladite tôle pré-revêtue à de
25 façon à ce que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $Fe_3Si_2Al_{12}$, et τ_6 du type $Fe_2Si_2Al_9$

L'invention porte en outre sur un procédé de fabrication d'une pièce durcie sous presse telle que précédemment définie, comportant les étapes
30 successives selon lesquelles :

- on approvisionne une tôle fabriquée par un procédé tels que ceux précédemment définis, puis
- on découpe ladite tôle pour obtenir un flan, puis

- on effectue optionnellement une étape de déformation par emboutissage à froid dudit flan, puis
- on chauffe ledit flan à une température comprise entre 810 et 950°C pour obtenir une structure totalement austénitique dans l'acier puis
- 5 - on transfère le flan au sein d'une presse, puis
- on emboutit à chaud ledit flan pour obtenir une pièce, puis
- on maintient ladite pièce au sein de la presse pour obtenir un durcissement par transformation martensitique de ladite structure austénitique.

10 L'invention porte enfin sur l'utilisation d'une pièce durcie sous presse telle que précédemment énoncée, ou fabriquée selon le procédé de fabrication d'une pièce durcie tel que précédemment défini, pour la fabrication de pièces de structure ou de renfort pour véhicules automobiles.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au
15 cours de la description ci-dessous donnée à titre d'exemple et faite en référence aux figures jointes suivantes :

- la figure 1 présente la densité surfacique de toutes les particules en fonction de la densité surfacique des particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres de pièces embouties à chaud, de
20 résistance à la rupture supérieure à 1800MPa pour cinq conditions d'essai,
- la figure 2 présente l'angle de pliage de pièces embouties à chaud, de résistance à la rupture supérieure à 1800MPa, en fonction d'un paramètre quantifiant la densité des particules présentes dans les
25 pièces embouties à chaud. Ce paramètre dépend de la densité surfacique de l'ensemble des particules, ainsi que de de la densité des particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres ; celles-ci ont été évaluées pour les mêmes cinq conditions d'essai, et
- la figure 3 présente la densité surfacique des particules en fonction de
30 la taille de ces particules pour les cinq conditions d'essai.

L'épaisseur de la tôle d'acier mise en œuvre dans le procédé selon l'invention est comprise préférentiellement entre 0,5 et 4 mm, gamme d'épaisseur utilisée notamment dans la fabrication de pièces structurales ou

de renfort pour l'industrie automobile. Celle-ci peut être obtenue par laminage à chaud ou faire l'objet d'un laminage à froid ultérieur et d'un recuit. Cette gamme d'épaisseur est adaptée aux outils industriels de durcissement sous presse, en particulier aux presses d'emboutissage à chaud.

5 Avantageusement, l'acier contient les éléments suivants, la composition étant exprimée en poids :

- une teneur en carbone comprise entre 0,24 et 0,38% lorsque la teneur en manganèse est comprise entre 0,4% et 3%. Le carbone joue un grand rôle sur la trempabilité et sur la résistance mécanique obtenue après le refroidissement qui suit le traitement d'austénitisation. Au-dessous d'une
10 teneur de 0,24% en poids, le niveau de résistance mécanique de 1800 MPa ne peut pas être atteint après durcissement par trempe sous presse, sans addition supplémentaire d'éléments coûteux. Au-delà d'une teneur de 0,38% en poids pour une teneur en manganèse comprise entre 0,4 % et 3%, le
15 risque de fissuration différée est accru, et la température de transition ductile/fragile, mesurée à partir d'essais de flexion entaillée de type Charpy, peut devenir supérieure à -40°C, ce qui traduit d'une diminution trop importante de la ténacité. Une teneur en carbone comprise entre 0,32 et 0,36% en poids, permet d'obtenir les propriétés visées de façon stable,
20 maintenant la soudabilité à un niveau satisfaisant et limitant les coûts de production. L'aptitude au soudage par points est particulièrement bonne lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0,24 et 0,38%.

- une teneur en carbone augmentée comprise entre 0,38% et 0,43% lorsque la teneur en manganèse est abaissée en étant comprise entre 0,05% et 0,4%
25 pour l'obtention d'une pièce d'acier présentant une résistance accrue à la corrosion sous contrainte. Préférentiellement, la teneur en carbone est comprise entre 0,39% et 0,43% pour une teneur en manganèse comprise entre 0,09% et 0,11%. L'abaissement de la teneur en manganèse est ainsi compensé par l'augmentation de la teneur en carbone tout en conférant à la
30 pièce d'acier une résistance importante à la corrosion sous contrainte.

Comme on le verra plus loin, la teneur en carbone doit être également définie en conjonction avec les teneurs en manganèse, chrome et silicium. Outre son rôle de désoxydant, le manganèse joue un rôle sur la trempabilité.

- on prévoit ainsi, lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0,24 et 0,38%, que la teneur en manganèse doit être supérieure à 0,40% en poids pour obtenir une température M_s de début de transformation (austénite → martensite) lors du refroidissement sous presse, suffisamment basse, ce qui permet d'accroître la résistance R_m . La limitation de la teneur en manganèse à 3% permet d'obtenir une résistance accrue à la fissuration différée. En effet, le manganèse ségrège aux joints de grains austénitiques et accroît le risque de rupture intergranulaire en présence d'hydrogène. D'autre part, comme on l'expliquera plus loin, la résistance à la fissuration différée provient notamment de la présence d'une couche superficielle enrichie en nickel. Sans vouloir être lié par une théorie, on pense que lorsque la teneur en manganèse est excessive, il peut se former une couche d'oxydes épaisse lors du réchauffage des brames, si bien que le nickel n'a pas le temps de diffuser suffisamment pour se situer sous cette couche d'oxydes de fer et de manganèse.

- On prévoit alternativement une teneur abaissée en manganèse qui est comprise entre 0,05% et 0,4% conjointement avec une teneur en carbone augmentée qui est comprise entre 0,38% et 0,43%. L'abaissement de la teneur en manganèse permet d'obtenir une tôle et une pièce de résistance à la corrosion par piqûre et ainsi de résistance à la corrosion sous contrainte améliorées. Le maintien d'une résistance mécanique élevée est réalisé en augmentant sensiblement la teneur en carbone.

La teneur en manganèse est définie préférentiellement conjointement avec la teneur en carbone, éventuellement en chrome :

- lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0,32% et 0,36% en poids, une teneur en Mn comprise entre 0,40% et 0,80% et une teneur en chrome comprise entre 0,05% et 1,20%, permettent d'obtenir simultanément une excellente résistance à la fissuration différée grâce à la présence d'une couche superficielle enrichie en nickel particulièrement efficace, et une très bonne aptitude au découpage mécanique des tôles. La teneur en Mn est idéalement comprise entre 0,50% et 0,70% pour concilier l'obtention d'une résistance mécanique élevée et d'une résistance à la fissuration différée.

- lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0,24% et 0,38%, en association avec une teneur en manganèse comprise entre 1,50% et 3%, l'aptitude au soudage par points est particulièrement bonne.
- lorsque la teneur en carbone est comprise entre 0,38% et 0,43% en association avec une teneur en manganèse comprise entre 0,05% et 0,4% et plus préférentiellement comprise entre 0,09% et 0,11%, la résistance à la corrosion sous contrainte est fortement augmentée, comme il sera vu plus loin.

Ces gammes de composition permettent d'obtenir une température M_s de début de transformation au refroidissement (austénite→martensite) comprise entre 320 et 370°C environ, ce qui permet de garantir que les pièces durcies à chaud présentent une résistance suffisamment élevée.

- la teneur en silicium de l'acier doit être comprise entre 0,10 et 1,70 % en poids : une teneur en silicium supérieure à 0,10% permet d'obtenir un durcissement supplémentaire et contribue à la désoxydation de l'acier liquide. La teneur en silicium peut être augmentée jusqu'à 1,70% tout en évitant la présence d'oxydes de surface excessifs qui pourraient nuire au dépôt du revêtement. Cette augmentation de la teneur en silicium nécessite cependant d'effectuer des opérations de décapage de la bobine laminée à chaud et de soumettre la tôle à une atmosphère de traitement de recuit de façon adaptée pour limiter la formation d'oxydes.

Pour une teneur en carbone comprise entre 0,24% et 0,38%, la teneur en silicium est préférentiellement supérieure à 0,50% afin d'éviter un adoucissement de la martensite fraîche, qui peut intervenir lorsque la pièce est maintenue dans l'outillage de la presse après la transformation martensitique.

Pour une teneur en carbone comprise entre 0,38% et 0,43% et une teneur en manganèse comprise entre 0,05% et 0,4%, la teneur en silicium est préférentiellement comprise entre 0,10% et 1,70% pour diminuer le taux de piqûres par corrosion, ce qui permet d'augmenter la résistance à la corrosion sous contrainte.

La teneur en silicium peut être augmentée jusqu'à 1,70% à condition que les autres éléments d'alliage présents dans l'acier permettent d'atteindre

une température de transformation au chauffage Ac3 (ferrite+perlite → austénite) inférieure à 880 ° C, de façon à être compatible avec les pratiques usuelles industrielles d'austénitisation précédant l'étape d'emboutissage à chaud.

- 5 - en quantité supérieure ou égale à 0,015%, l'aluminium est un élément favorisant la désoxydation dans le métal liquide lors de l'élaboration, et la précipitation de l'azote. Lorsque sa teneur est supérieure à 0,070% il peut se former des aluminates grossiers lors de l'élaboration qui tendent à diminuer la ductilité. De façon optimale, sa teneur est comprise entre 0,020 et 0,060%.
- 10 - le chrome augmente la trempabilité et contribue à l'obtention de la résistance mécanique en traction Rm au niveau souhaité après le durcissement sous presse. Au delà d'une teneur égale à 2% en poids, l'effet du chrome sur l'homogénéité des propriétés mécaniques dans la pièce durcie sous presse est saturé. En quantité préférentiellement comprise entre 0,05 et
- 15 1,20%, cet élément contribue à l'augmentation de la résistance. Pour une teneur en carbone comprise entre 0,24% et 0,38%, on préfère une addition de chrome comprise entre 0,30 et 0,50% qui permet d'obtenir les effets recherchés sur la résistance mécanique et la fissuration différée, en limitant les coûts d'addition. Lorsque la teneur en manganèse est suffisante, c'est-à-
- 20 dire comprise entre 1,50% et 3%Mn, on considère que l'addition de chrome est optionnelle, la trempabilité obtenue grâce au manganèse, étant considéré comme suffisante.

Alternativement, pour une teneur en carbone comprise entre 0,38% et 0,43%, on préfère une teneur en chrome augmentée supérieure à 0,5% et

25 plus préférentiellement comprise entre 0,950% et 1,050% afin d'augmenter la résistance à la corrosion par piqûre ainsi que par voie de conséquence, la résistance à la corrosion sous contrainte.

Outre les conditions sur chacun des éléments C, Mn, Cr, Si définies ci-dessus, ces éléments sont spécifiés de façon conjointe en fonction du

30 paramètre $P_1 = 2.6C + \frac{Mn}{5.3} + \frac{Cr}{13} + \frac{Si}{15}$

Comme expliqué dans la publication WO2016016707, dans ces conditions, la fraction de martensite autorevenue, sous l'effet du maintien dans l'outillage

de presse, est extrêmement limitée, de telle sorte que la quantité très élevée de martensite non revenue permet d'obtenir une valeur élevée de résistance mécanique. Lorsqu'une valeur de résistance R_m en traction supérieure ou égale à 1800MPa est recherchée, on met en évidence que le paramètre P_1 doit être tel que : $P_1 \geq 1.1$

- Le titane a une forte affinité pour l'azote. Compte tenu de la teneur en azote des aciers de l'invention, la teneur en titane doit être supérieure ou égale à 0,015% de façon à obtenir une précipitation effective. En quantité supérieure à 0,020% en poids, le titane protège le bore de façon à ce que cet élément se trouve sous forme libre pour jouer son plein effet sur la trempabilité. Sa teneur doit être supérieure à 3,42N, cette quantité étant définie par la stœchiométrie de la précipitation TiN, de façon à éviter la présence d'azote libre. Au-delà de 0,10%, il existe cependant un risque de former dans l'acier liquide, des nitrures de titane grossiers qui jouent un rôle néfaste sur la ténacité. La teneur en titane est comprise préférentiellement entre 0,020 et 0,040%, de façon à former des nitrures fins qui limitent la croissance des grains austénitiques lors du réchauffage des flans avant emboutissage à chaud.

- en quantité supérieure à 0,010% en poids, le niobium forme des carbonitrures de niobium également susceptibles de limiter la croissance des grains austénitiques lors du réchauffage des flans. Sa teneur doit cependant être limitée à 0,060% en raison de son aptitude à limiter la recristallisation lors du laminage à chaud, ce qui accroît les efforts de laminage et la difficulté de fabrication. Les effets optimaux sont obtenus lorsque la teneur en niobium est comprise entre 0,030 et 0,050%.

- en quantité supérieure à 0,0005% en poids, le bore accroît très fortement la trempabilité. En diffusant aux joints de grains austénitiques, il exerce une influence favorable en empêchant la ségrégation intergranulaire du phosphore. Au-delà de 0,0040%, cet effet est saturé.

- une teneur en azote supérieure à 0,003% permet d'obtenir une précipitation de TiN, de Nb(CN), ou de (Ti,Nb)(CN) mentionnée ci-dessus afin de limiter la croissance du grain austénitique. La teneur doit être cependant limitée à 0,010% de façon à éviter la formation de précipités grossiers.

- à titre optionnel, la tôle peut contenir du molybdène en quantité comprise entre 0,05 et 0,65% en poids: cet élément forme une co-précipitation avec le niobium et le titane. Ces précipités sont très stables thermiquement, renforçant la limitation de la croissance du grain austénitique au chauffage.

5 Un effet optimal est obtenu pour une teneur en molybdène comprise entre 0,15 et 0,25%.

- A titre optionnel, l'acier peut également comprendre du tungstène en quantité comprise entre 0,001 et 0,30%% en poids. Dans les quantités indiquées, cet élément augmente la trempabilité et l'aptitude au durcissement grâce à la formation de carbures.

10 - A titre optionnel, l'acier peut également contenir du calcium en quantité comprise entre 0,0005 et 0,005% : en se combinant avec l'oxygène et le soufre, le calcium permet d'éviter la formation d'inclusions de grande taille qui sont néfastes pour la ductilité des tôles ou des pièces ainsi fabriquées.

15 - en quantités excessives, le soufre et le phosphore conduisent à une fragilité augmentée. C'est pourquoi la teneur pondérale en soufre est limitée à 0,005% de façon à éviter une formation excessive de sulfures. Une teneur en soufre extrêmement basse, c'est-à-dire inférieure à 0,001% est cependant inutilement coûteuse à réaliser dans la mesure où elle n'apporte pas de

20 bénéfique supplémentaire.

Pour des raisons similaires, la teneur en phosphore est comprise entre 0,001 et 0,025% en poids. En teneur excessive, cet élément ségrège aux joints de grains austénitique et augmente le risque de fissuration différée par rupture intergranulaire.

25 - le nickel est un élément important de l'invention : en effet, les inventeurs ont mis en évidence que cet élément, en quantité comprise entre 0,25% et 2% en poids, réduit très sensiblement la sensibilité à la rupture différée lorsqu'il se trouve concentré en surface de la tôle ou de la pièce sous une forme spécifique.

30 En outre et comme divulgué dans la publication WO2016016707, la pièce d'acier est enrichie en nickel au voisinage de sa surface jusqu'à un maximum Ni_{max} selon deux paramètres pour obtenir une résistance efficace à la fissuration différée,

Un premier paramètre P₂ est défini selon :

$$P_2 = \frac{(Ni_{\max} + Ni_{\text{nom}})}{2} \times (\Delta)$$

Δ étant la profondeur enrichie en nickel de la pièce d'acier et Ni_{nom} étant la teneur nominale en nickel de l'acier.

- 5 Ce premier paramètre caractérise la teneur globale en nickel dans la couche enrichie Δ

Le second paramètre P₃ est défini par :

$$P_3 = \frac{(Ni_{\max} - Ni_{\text{nom}})}{\Delta}$$

- 10 Ce second paramètre caractérise le gradient moyen de concentration en nickel, c'est-à-dire l'intensité de l'enrichissement au sein de la couche Δ .

En satisfaisant à ces deux paramètres, la pièce d'acier présente une résistance à la fissuration différée très importante.

- Le procédé permettant de réaliser une tôle d'acier de l'invention va maintenant être décrit : On coule un demi-produit, sous forme d'acier liquide, de composition mentionnée ci-dessus. Contrairement à un procédé conventionnel où l'addition d'éléments est réalisée lors de la coulée en poche depuis le convertisseur, les inventeurs ont mis en évidence qu'il était nécessaire de réaliser cette addition sans présence d'air qui conduit à une augmentation de la teneur en azote du métal liquide. Dans le procédé selon
- 15 l'invention, les additions d'éléments tels que le manganèse, le silicium, le niobium, le chrome sont réalisées dans une enceinte où règne une atmosphère sous vide. Après ce traitement sous vide, on réalise une désulfuration du métal liquide par brassage entre le métal et le laitier qui est effectué dans des conditions à ne pas augmenter la teneur en azote. Après
- 20 contrôle de la teneur en azote dans le métal liquide, on ajoute le titane, par exemple sous-forme de ferro-titane. Le titane est ainsi ajouté à la fin de l'étape de métallurgie secondaire. Ainsi, lors de l'opération d'addition, on diminue la teneur en azote introduite et on limite la formation de particules susceptibles de nuire à la ductilité de la pièce d'acier. En réalisant ainsi
- 30 l'introduction des éléments d'addition, on réduit la quantité de particules

précipitées à la fin de la solidification et ainsi la tôle et la pièce d'acier résultante présentent une ductilité améliorée comme il sera détaillé plus loin.

Le demi-produit obtenu après coulée peut être sous forme de brame d'épaisseur comprise typiquement entre 200 et 250mm, ou de brame mince dont l'épaisseur typique est de l'ordre de quelques dizaines de millimètres, ou sous toute autre forme appropriée. Celui-ci est porté à une température comprise entre 1250 et 1300°C et maintenu dans cet intervalle de température pendant une durée comprise entre 20 et 45 minutes. Par réaction avec l'oxygène de l'atmosphère du four, il se forme, pour la composition de l'acier de l'invention, une couche d'oxyde essentiellement riche en fer et en manganèse, dans laquelle la solubilité du nickel est très faible, le nickel reste sous forme métallique. En parallèle à la croissance de cette couche d'oxyde, on assiste à une diffusion du nickel vers l'interface entre l'oxyde et le substrat d'acier causant ainsi l'apparition d'une couche enrichie en nickel dans l'acier. A ce stade, l'épaisseur de cette couche dépend en particulier de la teneur en nickel nominale de l'acier, et des conditions de température et de maintien définies précédemment.

Lors du cycle de fabrication ultérieur, cette couche initiale enrichie subit simultanément :

- une diminution d'épaisseur, due aux taux de réduction conférés par les étapes successives de laminage,
- une augmentation d'épaisseur en raison du séjour de la tôle à haute température lors des étapes successives de fabrication. Cette augmentation intervient cependant dans des proportions moindres que lors de l'étape de réchauffage des brames.

Un cycle de fabrication d'une tôle laminée à chaud comprend typiquement :

- des étapes de laminage à chaud (dégrossissage, finissage) dans une gamme de température allant de 1250 à 825°C,
- une étape de bobinage dans une gamme de température allant de 500 à 750°C.

Les inventeurs ont mis en évidence qu'une variation des paramètres de laminage à chaud et de bobinage, dans les gammes définies par l'invention,

ne modifiaient pas les caractéristiques mécaniques de façon sensible, si bien que le procédé était tolérant à une certaine variation au sein de ces gammes, sans incidence notable sur les produits résultants.

5 A ce stade, la tôle laminée à chaud, dont l'épaisseur peut être typiquement de 1,5-4,5mm, est décapée par un procédé connu en lui-même, qui élimine uniquement la couche d'oxydes, si bien que la couche enrichie en nickel se trouve située au voisinage de la surface de la tôle.

Lorsque l'on désire obtenir une tôle d'épaisseur plus fine, on effectue un laminage à froid avec un taux de réduction adapté, par exemple compris
10 entre 30 et 70%, puis un recuit à une température comprise typiquement entre 740 et 820°C de façon à obtenir une recristallisation du métal écroui. Après ce traitement thermique, la tôle peut être refroidie de façon à obtenir une tôle non revêtue, ou revêtue en continu par passage dans un bain au trempé, selon des procédés connus en eux-mêmes, et enfin refroidie.

15 Comme explicité dans la publication WO2016016707, l'étape qui présente une influence prépondérante sur les caractéristiques de la couche enrichie en nickel sur la tôle finale, est l'étape de réchauffage des brames, dans une gamme spécifique de température et de durée de maintien. À l'inverse, le cycle de recuit de la tôle laminée à froid, comportant ou non une étape de
20 revêtement, n'a qu'une influence secondaire sur les caractéristiques de la couche superficielle enrichie en nickel. En d'autres termes, à l'exception du taux de réduction en laminage à froid qui diminue l'épaisseur de la couche enrichie en nickel d'une quantité homothétique, les caractéristiques de l'enrichissement en nickel de cette couche sont pratiquement identiques sur
25 une tôle laminée à chaud et sur une tôle qui a subi en outre un laminage à froid et un recuit, que celui-ci comporte ou non une étape de pré-revêtement au trempé.

Ce pré-revêtement peut être de l'aluminium, un alliage d'aluminium (comportant plus de 50% d'aluminium) ou un alliage à base d'aluminium (dont
30 l'aluminium est le constituant majoritaire) Ce pré-revêtement est avantageusement un alliage aluminium-silicium comprenant en poids 7-15% de silicium, 2 à 4% de fer, optionnellement entre 15 et 30 ppm de calcium, le

reste étant de l'aluminium et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Le pré-revêtement peut être également un alliage d'aluminium contenant 40-45%Zn, 3-10%Fe, 1-3%Si, le solde étant de l'aluminium et des impuretés inévitables résultant de l'élaboration.

Selon une variante, le pré-revêtement peut être un revêtement d'alliage d'aluminium, celui-ci se trouvant sous forme d'intermétalliques comprenant du fer. Ce type de pré-revêtement est obtenu en effectuant un pré-traitement thermique de la tôle pré-revêtue d'aluminium ou d'alliage d'aluminium. Ce pré-traitement thermique est réalisé à une température θ_1 pendant une durée de maintien t_1 , de façon à ce que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $Fe_3Si_2Al_{12}$, et τ_6 du type $Fe_2Si_2Al_9$. Ce type de pré-revêtement permet alors de chauffer les flans, avant l'étape d'emboutissage à chaud, avec une vitesse nettement plus rapide, ce qui permet de minimiser la durée de maintien à haute température durant le réchauffage des flans, c'est-à-dire de diminuer la quantité d'hydrogène adsorbée au cours de cette étape de chauffage des flans.

Alternativement, le pré-revêtement peut être galvanisé, ou galvanisé-allié, c'est-à-dire présentant une quantité de fer comprise entre 7-12% après traitement thermique d'alliation réalisé au défilé immédiatement après le bain de galvanisation.

Le pré-revêtement peut être également composé d'une superposition de couches déposées par étapes successives, dont au moins une des couches peut être de l'aluminium ou un alliage d'aluminium.

Après la fabrication décrite ci-dessus, les tôles sont découpées ou poinçonnées par des procédés connus en eux-mêmes, de façon à obtenir des flans dont la géométrie est en rapport avec la géométrie finale de la pièce emboutie et durcie sous presse. Comme on l'a expliqué plus haut, le découpage de tôles comportant notamment entre 0,32 et 0,36%C, entre 0,40 et 0,80%Mn, entre 0,05 et 1,20%Cr, est particulièrement aisé en raison de la résistance mécanique peu élevée à ce stade, associée à une microstructure ferrito-perlitique.

Ces flans sont chauffés jusqu'à une température comprise entre 810 et 950°C de manière à austénitiser complètement le substrat en acier, emboutis à chaud, puis maintenus dans l'outillage de presse de façon à obtenir une transformation martensitique. Le taux de déformation appliqué lors de l'étape
5 de l'emboutissage à chaud peut être plus ou moins important selon qu'une étape de déformation à froid (emboutissage) a été réalisée préalablement ou non au traitement d'austénitisation. Les inventeurs ont mis en évidence que les cycles thermiques de chauffage permettant le durcissement sous presse, qui consistent à chauffer les flans au voisinage de la température de
10 transformation Ac3, puis à les maintenir à cette température pendant quelques minutes, ne provoquaient pas non plus de modification sensible de la couche enrichie en nickel.

En d'autres termes, les caractéristiques de la couche superficielle enrichie en nickel sont similaires sur la tôle avant durcissement sous presse, et sur la
15 pièce après durcissement sous presse, obtenue à partir de cette tôle.

Grâce aux compositions de l'invention qui possèdent une température de transformation Ac3 plus basse que les compositions d'acier conventionnels, il est possible d'austénitiser les flans avec des températures-temps de maintien réduits, ce qui permet de diminuer l'adsorption éventuelle de l'hydrogène
20 dans les fours de chauffage.

Les inventeurs ont découvert que pour obtenir une pièce d'acier présentant une ductilité améliorée, en plus des propriétés avantageuses de résistance mécanique et de résistance à la fissuration différée précédemment expliqués, la densité des particules présentes au voisinage de la surface de
25 la tôle devait satisfaire à des conditions particulières. Dans le cadre de l'invention, ces particules désignent l'ensemble des oxydes, sulfures, nitrures, purs ou mixtes tels que les oxysulfures et carbonitrures, présents dans la matrice de l'acier. On a en effet mis en évidence que certaines particules étaient des sites d'un endommagement précoce qui diminuait l'aptitude au
30 pliage. Dans le cadre de l'invention, le voisinage de la surface désigne la zone située entre la surface des tôles et 100 micromètres sous cette surface.

En particulier la densité des particules et notamment celle des particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres devaient répondre à

certains critères.

On se réfère aux Tableaux 1 et 2 ci-dessous ainsi qu'aux Figures 1 et 2 pour décrire les essais et mesures conduisant à l'établissement d'un paramètre tenant aux densités des particules.

5 Cinq tôles d'acier A, B, C, D, E dont les compositions chimiques respectives sont données dans le Tableau 1, ont été réalisées. Les compositions sont exprimées en pourcentage en poids, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration. Ces tôles ont été obtenues à partir d'acier élaboré à l'état liquide selon différents procédés : pour l'essai A (essai de référence), les éléments
10 d'addition (manganèse, silicium, chrome, niobium) ont été ajoutés sous air, lors de la coulée en poche depuis le convertisseur.

Pour les essais B, C, D, E, réalisés dans les conditions de l'invention, ces éléments d'addition ont été ajoutés lors d'un traitement RH (Ruhrstahl
15 Heraeus) dans la cuve RH maintenue sous vide. Le traitement de désulfuration ultérieur a été effectué sans reprise d'azote dans l'acier liquide. L'addition de titane a été réalisée sous forme de ferro-titane à la fin du procédé de métallurgie secondaire.

Après coulée sous forme de demi-produits, des brames de ces différents
20 aciers ont été réchauffées à une température de 1275°C et maintenues à cette température pendant 45 minutes. Elles ont été ensuite laminées avec une température de fin de laminage de 950°C, et bobinées à une température de 650°C. Après décapage, les tôles ont été laminées à froid jusqu'à une épaisseur de 1,5mm. Les tôles ont ensuite subi un recuit d'aluminage à une
25 température de 760°C, puis aluminées en continu au trempé dans un bain contenant 9% en poids de silicium 3% en poids de fer, le solde étant de l'aluminium et des impuretés inévitables.

Les tôles découpées ont été embouties à chaud, après un réchauffage à une température de 900°C et une durée de maintien totale dans le four de 6'30.

Référence d'essai	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Al
A	0.34	0.61	0.54	0.42	0.35	0.20	0.032
B	0.345	0.61	0.53	0.39	0.35	0.19	0.043
C	0.33	0.60	0.53	0.38	0.33	0.17	0.028
D	0.33	0.66	0.55	0.40	0.35	0.19	0.036
E	0.33	0.65	0.55	0.44	0.35	0.20	0.038
Référence d'essai	Nb	Ti	P	S	N	B	
A	0.038	0.034	0.008	0.0004	0.0055	0.0039	
B	0.039	0.033	0.004	0.0015	0.0051	0.0029	
C	0.045	0.017	0.012	0.0003	0.0044	0.0032	
D	0.048	0.017	0.011	0.0004	0.0051	0.0024	
E	0.052	0.015	0.010	0.0005	0.0035	0.0029	

Tableau 1 : Composition d'acier pour les essais

A, B, C, D et E

Après durcissement sous presse, des mesures ont été réalisées sur trois échantillons par microscopie électronique à balayage en considérant les particules de taille supérieure à 0.5 micromètres sur une surface de 6 mm² et sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de la pièce.

Un premier type de mesure consiste à évaluer la densité D_i de l'ensemble des particules à savoir les oxydes, sulfures, nitrures, purs ou mixtes tels que les oxysulfures et carbonitrures, présents dans la matrice de l'acier. Un second type de mesure consiste à évaluer la densité $D_{(>2\mu\text{m})}$ de ces mêmes particules dont la taille est supérieure à 2 micromètres. Sur le Tableau 2 ci-dessous, les références d'essai D1, D2, E1 et E2 correspondent respectivement à des tôles d'acier de composition D et E telles que présentées dans le Tableau 1 ci-dessous et qui résultent de deux bobines d'acier différentes.

L'angle de pliage a été déterminé sur les pièces durcies de 60x60mm² supportées par deux rouleaux, selon le standard de flexion VDA-238. L'effort de pliage est exercé par un poinçon de rayon de 0,4 mm. L'espacement entre les rouleaux et le poinçon est égal à l'épaisseur des pièces testées, un jeu de 0,5 mm étant ajouté. L'apparition de la fissure est détectée puisqu'elle coïncide avec une diminution de la charge dans la courbe de déplacement de

la charge. Les tests sont interrompus lorsque la charge diminue plus de 30 N de sa valeur maximale. L'angle de pliage de chaque référence d'essai est mesuré à charge maximale. Les résultats présentés dans le Tableau 2 ci-dessous correspondent aux sept échantillons pris dans le sens de laminage.

5 On obtient alors une valeur moyenne de l'angle de pliage.

Référence d'essai	D(>2 μ m) (particules/mm ²)	D _i (particules/mm ²)	Angle de pliage (°)
A	<u>54</u>	<u>212,5</u>	<u>44</u>
B	6,7	136	50,85
C	12	62,5	52
D1	18	98	51
D2	15	78,5	51
E1	8	90,5	55
E2	3,8	220	55

Tableau 2 : Densité des particules (D_i) et densité des particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres (D(>2 μ m)) sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de la tôle, et angle de pliage correspondant. Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

10

Pour satisfaire aux exigences industrielles en termes de ductilité en cas de choc, les pièces satisfaisantes en matière de contrainte à la rupture sont celles qui présentent un angle de pliage supérieur à 50°. La pièce emboutie à chaud dans les conditions de l'essai A, où les additions d'éléments ont été réalisées selon un procédé conventionnel, présente un angle de pliage inférieur à 50°.

15

La figure 3 illustre la répartition des particules selon leur taille moyenne en fonction de leur densité pour les sept références d'essai du Tableau 2. On constate que la référence d'essai A présente une répartition de la densité des particules selon leur taille qui est substantiellement différente de celle des autres références d'essai. Principalement, la densité des particules de taille moyenne inférieure à 2 micromètres de la référence A est nettement inférieure à celle des autres références d'essai. Les conditions d'élaboration selon l'invention permettent d'obtenir une diminution significative de l'ensemble des particules, et notamment des particules de taille supérieure à

25

2 micromètres. Cette répartition favorable se constate sur la tôle ainsi que sur la pièce emboutie à chaud à partir de cette tôle.

On a reporté sur la figure 1 et pour chaque référence d'essai du Tableau 2 la densité $D_{(>2\mu\text{m})}$ relative aux particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres, et la densité D_i relative à l'ensemble des particules. Considérant que seule la référence A ne satisfait pas au critère recherché d'un angle de pliage supérieur à 50° , il se dégage une relation entre la densité D_i et la densité $D_{(>2\mu\text{m})}$ qui est obtenue sur la base de la droite D d'équation :

$$Y = - 6,75 (X-40)$$

Considérant que les pièces susceptibles de présenter un angle de pliage supérieur à 50° sont situés sous la droite D dans la zone hachurée F, il s'ensuit que le critère permettant de satisfaire à une bonne ductilité au pliage est le suivant :

$$D_i + 6,75 D_{(>2\mu\text{m})} < 270$$

D_i et $D_{(>2\mu\text{m})}$ étant toutes deux exprimées en nombre de particules par mm^2 .

Ce critère met en évidence l'influence importante des particules de taille moyenne supérieure à 2 micromètres sur la ductilité des pièces embouties à chaud.

Dans le Tableau 3 ci-dessous et sur la figure 2, on a reporté le critère défini $D_i + 6,75 D_{(>2\mu\text{m})}$ et l'angle de pliage obtenu pour les sept conditions d'essais A, B, C, D1, D2, E1 et E2. La zone hachurée G sur la figure 2 définit la zone, selon l'invention, pour laquelle la pièce présente un angle de pliage supérieur à 50° et dans laquelle le critère est inférieur à 270. Dans cette zone G, la pièce présente une ductilité améliorée et une résistance mécanique R_m supérieure à 1800 MPa.

Référence d'essai	Critère $D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)}$	Angle de pliage (°)
<u>A</u>	<u>577</u>	<u>44</u>
B	181	50,85
C	143	52
D1	220	51
D2	180	51
E1	144	55
E2	246	55

Tableau 3 : Critère $D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)}$ et angle de pliage correspondant

Valeurs soulignées : non conformes à l'invention

5 Les inventeurs ont également découvert que la diminution de la teneur en manganèse ajustée par une augmentation sensible de la teneur en carbone permettait d'augmenter substantiellement la résistance de la pièce d'acier à la corrosion sous contrainte tout en préservant une résistance mécanique élevée supérieure à 1800 MPa.

10 Il est connu de mesurer la sensibilité à la corrosion sous contrainte par des méthodes mettant en œuvre un test de flexion à quatre points à charge constante et :

- soit immersion de la pièce d'acier ainsi contrainte dans une solution saline à température ambiante pendant 30 jours,
- 15 - soit pulvérisation à 35°C pendant 4h d'une solution saline sur la pièce d'acier sous contrainte, cette opération étant renouvelée pendant 20 jours.

Mais ces méthodes ne reproduisent pas suffisamment les conditions environnementales dans lesquels les pièces d'acier sont susceptibles de se
20 trouver.

C'est pourquoi une autre méthode dite cyclique prévoit une alternance de phase saline, de phase humide et de phase sèche. La phase saline est appliquée pendant 2% de la période de test pour un pourcentage en poids de NaCl dans l'atmosphère de 1% à pH4. La phase suivante humide est
25 appliquée pendant 28% de la période de test, à un pourcentage en humidité relative de 90% à une température de 35°C. La dernière phase sèche est

appliquée pendant 70% de la période de test, à un pourcentage d'humidité relative de 55% et à une température de 35°C. Ce test cyclique est appliqué pendant 42 jours.

Cependant, cette méthode cyclique n'est pas suffisamment sévère pour assurer à la pièce d'acier une résistance à la corrosion sous contrainte satisfaisante pour les applications visées. On a donc appliqué une nouvelle méthode cyclique dite VDA (Verband der Automobilindustrie) dans laquelle la pièce d'acier sous contrainte est soumise à des conditions de corrosion plus sévères. Une période de test, ou cycle, correspond à une semaine.

Dans cette méthode VDA, la phase saline est appliquée pendant 5% de la période de test (au lieu de 2% pour la méthode cyclique) pour un pourcentage en poids de NaCl dans l'atmosphère de 1% à pH7. La phase suivante humide est appliquée pendant 25% de la période de test, à un pourcentage en humidité relative de 95% (au lieu de 90% pour la méthode cyclique) à une température de 35°C. La dernière phase sèche est appliquée pendant 65% de la période de test, à un pourcentage d'humidité relative de 70% (au lieu de 55% pour la méthode cyclique) et à une température de 35°C. La méthode VDA est appliquée pendant 6 cycles, soit 6 semaines ou 42 jours.

Il est considéré selon l'invention qu'une pièce d'acier satisfait au critère de corrosion sous contrainte si aucune rupture du matériau ne se produit pendant au moins 42 jours.

On a considéré trois conditions d'essai H, I et J dont les compositions chimiques sont données dans le Tableau 4 ci-dessous. Les compositions sont exprimées en pourcentage en poids, le reste de la composition étant constitué de fer et d'impuretés résultant de l'élaboration.

Les trois conditions d'essai H, I et J satisfont aux critères définis précédemment relatifs à la densité des particules et à l'enrichissement superficiel en nickel.

Référence d'essai	C	Mn	S	P	Si	Cr	Nb
H	0,35	0,60	0,0003	0,012	0,53	0,33	0,045
I	0,35	0,62	0,0003	0,013	0,57	0,51	0,039
J	0,40	0,10	0,0001	0,012	0,21	1,00	0,041
Référence d'essai	Al	Ti	Ni	Mo	B(ppm)	N	
H	0,045	0,017	0,38	0,17	32	0,004	
I	0,030	0,020	0,40	0,20	24	0,005	
J	0,023	0,015	0,50	0,24	19	0,003	

10 Tableau 4 : Composition de l'acier pour trois conditions d'essai H, I et J

La tôle fabriquée dans la condition H présente une température Ac3 de 829°C. Cette température est évaluée par la formule d'Andrews, connue en elle-même. La tôle fabriquée dans la condition I présente une température Ac3 calculée par la formule d'Andrews de 820°C, et la tôle fabriquée dans la condition d'essai J présente une température Ac3 calculée par la formule d'Andrews de 807°C.

La référence d'essai J présente ainsi une température d'austénisation particulièrement favorable à son élaboration industrielle.

20 Les températures Ms (température de début de transformation martensitique au refroidissement) calculées à partir de la formule d'Andrews, sont de 362°C, 345°C, 353°C, pour les tôles fabriquées respectivement dans les conditions H, I, et J.

25 Les tôles d'acier des références H, I et J ont été réalisées dans les conditions suivantes :

- réchauffage à une température de 1275°C pendant 30 minutes
- laminage à chaud jusqu'à une température de fin de laminage TFL de 900°C.
- bobinage à 540°C pour la référence H et 550°C pour les références I et J,
- 30 - laminage à froid avec un taux de réduction de 58%,
- recuit à une température de 760°C de façon à obtenir une recristallisation du métal écroui, et

- refroidissement.

Dans l'essai H, la tôle est revêtue au trempé d'un alliage AlSi tel que mentionné ci-dessus, les tôles fabriquées dans les conditions I et J ne sont pas revêtues.

- 5 On obtient une tôle d'acier d'épaisseur de 1,5 millimètres pour les conditions H et I, et de 1,3 millimètres pour la condition J.

Après avoir découpé la tôle pour obtenir un flan, on chauffe celui-ci dans un four à 900°C pendant 6 minutes et 30 secondes (temps total de maintien dans le four)., de façon à ce qu'une transformation austénitique totale
10 intervienne dans l'acier, puis on transfère le flan rapidement au sein d'un dispositif simulant l'emboutissage à chaud. Le transfert est effectué en moins de 10 secondes, de telle sorte qu'aucune transformation de l'austénite n'intervienne pendant cette étape. La pression exercée par les outils de la
15 presse est de 5000 MPa. On maintient la pièce au sein de la presse pour obtenir un durcissement par transformation martensitique de la structure austénitique. On applique ensuite sur la tôle un traitement thermique de 170°C pendant 20 minutes, correspondant à un cycle de cuisson d'une peinture appliquée sur la pièce emboutie à chaud.

Les caractéristiques mécaniques de traction (limite d'élasticité σ_y et
20 résistance R_m) mesurées sur les pièces embouties H, I et J, sont présentées au tableau 5 ci-dessous.

Référence d'essai	σ_y (MPa)	R_m (MPa)
H	1595	1845
I	1500	1996
J	1595	1923

Tableau 5. Caractéristiques mécaniques de traction mesurées dans les trois conditions d'essai H, I et J

25

Trois éprouvettes prélevées dans des pièces embouties à chaud pour chacune des références d'essai H, I et J ont été soumises au test VDA de corrosion sous contrainte précédemment décrit. La contrainte de flexion

appliquée à l'éprouvette en surface extérieure entre les deux rouleaux est de 750 MPa.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 6 ci-dessous.

Référence d'essai	Rupture					
	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3	Cycle 4	Cycle 5	Cycle 6
H	0	2	1	-	-	-
I	0	0	1	2	-	-
J	0	0	0	0	0	0

5 Tableau 6 : Résultats des tests de corrosion sous contrainte par la méthode VDA des conditions d'essai H-J

On constate que pour la condition d'essai H, deux pièces se sont rompues au cours du 2^{ème} cycle, et la troisième pièce s'est rompue au cours du 3^{ème} cycle.

Pour la référence d'essai I, une première pièce s'est rompue au cours du 3^{ème} cycle, et les deux autres pièces se sont rompues au cours du 4^{ème} cycle.

Pour la référence d'essai J, aucune pièce n'est rompue à l'issue du 6^{ème} cycle. La référence d'essai J à basse teneur en manganèse présente ainsi une excellente résistance à la corrosion sous contrainte.

Sans être lié par une théorie, les inventeurs ont défini l'expression d'un critère permettant d'assurer, pour une pièce emboutie à chaud présentant une limite d'élasticité comprise entre 1300 et 1600 MPa, une résistance à la corrosion sous contrainte suffisante pour satisfaire au test VDA.

Ce critère dépend de trois paramètres : un paramètre P1 dépendant de la composition de la pièce, un paramètre P2 dépendant de la contrainte appliquée et un paramètre P3 dépendant de la présence éventuelle d'un revêtement sur la pièce emboutie à chaud.

Le paramètre P1 s'exprime de la façon suivante en fonction des teneurs en manganèse, phosphore, chrome, molybdène et silicium:

$$P1 = 455 \text{Exp}(-0.5[Mn + 25P]) + [390Cr + 50Mo] + 7 \text{Exp}(1.3Si), \text{ les teneurs étant}$$

exprimées en pourcentages en poids.

Le paramètre P2 s'exprime de la façon suivante :

$$P2 = [6 - 1.22 \times 10^{-9} \sigma_y^3]$$

où σ_y désigne la limite d'élasticité, exprimée en MPa, et est comprise
5 entre 1300 et 1600 MPa.

Le paramètre P3 est quantifié par un paramètre C_{SCC} dont la valeur est
égale à 1 si la pièce n'est pas revêtue est nue, et égale à 0,7 si la pièce est
revêtue

On définit alors le seuil de rupture à la corrosion sous contrainte X_o
10 comme étant : $X_o = P1 \times P2 \times P3$

Les inventeurs ont mis en évidence que si X_o est supérieur ou égal à
750, la tôle ou pièce correspondante satisfait au test VDA de résistance à la
corrosion sous contrainte.

On définit alors le critère suivant qui, s'il est satisfait, assure une
15 excellente résistance à la corrosion sous contrainte de la tôle et pièce d'acier:

$$[455 \text{Exp}(-0.5[Mn + 25P]) + [390Cr + 50Mo] + 7 \text{Exp}(1.3Si)] [6 - 1.22 \times 10^{-9} \sigma_y^3] [C_{SCC}] \geq 750$$

Outre la mise en évidence que la diminution de la teneur en Mn permet
20 d'augmenter la résistance à la corrosion sous contrainte, on constate que
l'augmentation de la teneur en chrome (0,33 pour la référence d'essai H, 0,51
pour la référence I et 1 pour la référence J) améliore aussi la résistance à la
corrosion sous contrainte de la pièce.

Ainsi, l'invention permet la fabrication de pièces durcies sous presse, offrant
25 simultanément de hautes caractéristiques mécaniques en traction, une bonne
ténacité et une résistance élevée à la corrosion sous contrainte. Ces pièces
seront utilisées avec profit comme pièces de structure ou de renfort dans le
domaine de la construction automobile.

REVENDICATIONS

5 1 Tôle d'acier laminée, pour durcissement sous presse, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

soit $0,24\% \leq C \leq 0,38\%$ et $0,40\% \leq Mn \leq 3\%$,

soit $0,38\% < C \leq 0,43\%$ et $0,05\% \leq Mn < 0,4\%$

10 $0,10\% \leq Si \leq 1,70\%$

$0,015\% \leq Al \leq 0,070\%$

$0\% \leq Cr \leq 2\%$

$0,25\% \leq Ni \leq 2\%$

$0,015\% \leq Ti \leq 0,10\%$

15 $0\% \leq Nb \leq 0,060\%$

$0,0005\% \leq B \leq 0,0040\%$

$0,003\% \leq N \leq 0,010\%$

$0,0001\% \leq S \leq 0,005\%$

$0,0001\% \leq P \leq 0,025\%$

20 étant entendu que les teneurs en titane et en azote satisfont à :

$Ti/N > 3,42,$

et que les teneurs en carbone, manganèse, chrome et silicium

satisfont à :

$$2,6C + \frac{Mn}{5,3} + \frac{Cr}{13} + \frac{Si}{15} \geq 1,1\%$$

25 la composition chimique comprenant optionnellement un ou plusieurs des éléments suivants:

$0,05\% \leq Mo \leq 0,65\%$

$0,001\% \leq W \leq 0,30\%$

$0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$

30 le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration,

ladite tôle contenant une teneur en nickel Ni_{surf} en tout point de l'acier au voisinage de la surface de ladite tôle sur une profondeur Δ , telle que :

$$Ni_{surf} > Ni_{nom},$$

5 Ni_{nom} désignant la teneur nominale en nickel de l'acier, et telle que, Ni_{max} désignant la teneur maximale en nickel au sein de Δ

$$\frac{(Ni_{max} + Ni_{nom})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6,$$

et telle que :

$$10 \frac{(Ni_{max} - Ni_{nom})}{\Delta} \geq 0,01$$

la profondeur Δ étant exprimée en micromètres, les teneurs Ni_{max} et Ni_{nom} étant exprimées en pourcentages en poids,

15 et telle que la densité surfacique de l'ensemble des particules D_i et la densité surfacique des particules de taille supérieure à 2 micromètres $D_{(>2\mu m)}$ satisfont, au moins sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de ladite tôle, à :

$$D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)} < 270$$

20 D_i et $D_{(>2\mu m)}$ étant exprimées en nombre de particules par millimètres carrés.

2 Tôle d'acier selon la revendication 1, caractérisée en ce que sa composition comprend, en poids :

$$25 \quad 0,39\% \leq C \leq 0,43\%$$

$$0,09\% \leq Mn \leq 0,11\%$$

3 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que sa composition comprend, en poids :

$$30 \quad 0,95\% \leq Cr \leq 1,05\%$$

4 Tôle d'acier selon l'une quelconque des 2 et 3, caractérisée en ce que sa composition comprend, en poids :

$$0,48 \% \leq \text{Ni} \leq 0,52\%.$$

5

5 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, caractérisée en ce que sa composition comprend en poids :

$$1,4\% \leq \text{Si} \leq 1,70\%$$

10

6 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que sa microstructure est ferrito-perlitique.

7 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite tôle est une tôle laminée à chaud.

15

8 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite tôle est une tôle laminée à froid et recuite.

20

9 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est pré-revêtue d'une couche métallique d'aluminium ou d'alliage d'aluminium ou à base d'aluminium.

25

10 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est pré-revêtue d'une couche métallique de zinc ou d'alliage de zinc ou à base de zinc.

30

11 Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est pré-revêtue d'une couche ou de plusieurs couches d'alliages intermétalliques contenant de l'aluminium et du fer, et éventuellement du silicium, le pré-revêtement ne contenant pas d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$, et τ_6 du type $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$.

12 Pièce obtenue par durcissement sous presse d'une tôle d'acier de composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce qu'elle présente une structure martensitique ou martensito-bainitique, et en ce que et la densité surfacique de l'ensemble des particules D_i et la densité surfacique des particules de taille supérieure à 2 micromètres $D_{(>2\mu m)}$ satisfont, au moins sur une profondeur de 100 micromètres au voisinage de la surface de ladite pièce, à :

$$D_i + 6,75 D_{(>2\mu m)} < 270$$

D_i et $D_{(>2\mu m)}$ étant exprimées en nombre de particules par mm^2

13 Pièce durcie sous presse selon la revendication 12, caractérisée en ce qu'elle présente au moins dans le sens de laminage un angle de pliage supérieur à 50° .

14 Pièce durcie sous presse selon l'une quelconque des revendications 12 et 13, caractérisée en ce que les teneurs en manganèse, phosphore, chrome, molybdène et silicium satisfont à :

$$[455 \text{Exp}(-0.5[Mn + 25P]) + [390Cr + 50Mo] + 7 \text{Exp}(1.3Si)] [6 - 1.22 \times 10^{-9} \sigma_y^3] C_{SCC} \geq 750$$

σ_y étant la limite d'élasticité qui est comprise entre 1300 et 1600 MPa, et C_{SCC} étant égal à 1 pour une tôle non revêtue, et égal à 0,7 pour une tôle revêtue.

15 Pièce durcie sous presse selon l'une quelconque des revendications 12 à 14, contenant une teneur nominale en nickel Ni_{nom} , caractérisée en ce que la teneur en nickel Ni_{surf} dans l'acier au voisinage de la surface est supérieure à Ni_{nom} sur une profondeur Δ , et en ce que, Ni_{max} désignant la teneur maximale en nickel au sein de Δ :

$$\frac{(Ni_{max} + Ni_{nom})}{2} \times (\Delta) \geq 0,6,$$

et en ce que :

$$\frac{(Ni_{\max} - Ni_{\text{nom}})}{\Delta} \geq 0,01$$

la profondeur Δ étant exprimée en micromètres,

les teneurs Ni_{\max} et Ni_{nom} étant exprimées en pourcentages en poids.

5

16 Pièce durcie sous presse selon l'une quelconque des revendications 12 à 15, caractérisée en ce que sa résistance mécanique R_m est supérieure ou égale à 1800 MPa.

10

17 Pièce durcie sous presse selon l'une quelconque des revendications 12 à 16, caractérisée en ce qu'elle est revêtue d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, ou d'un alliage de zinc ou à base de zinc résultant de la diffusion entre le substrat d'acier et le pré-revêtement, lors du traitement thermique de durcissement sous presse.

15

18 Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud, comportant les étapes successives selon lesquelles :

- on élabore un acier liquide dans lequel on ajoute du manganèse, du silicium, du niobium et du chrome, les additions étant effectuées dans une enceinte sous vide, puis

20

- on réalise une désulfuration du métal liquide sans augmenter sa teneur en azote, puis

- on ajoute du titane, les dites additions étant réalisées de façon à obtenir un métal liquide de composition chimique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, puis

25

- on coule un demi-produit, puis

- on réchauffe ledit demi-produit à une température comprise entre 1250 et 1300°C pendant une durée de maintien à cette température comprise entre 20 et 45 minutes, puis

30

- on lamine à chaud ledit-demi produit jusqu'à une température de fin de laminage TFL comprise entre 825 et 950 °C, pour obtenir une tôle laminée à chaud, puis

- on bobine ladite tôle laminée à chaud, à une température comprise entre 500 et 750°C, pour obtenir une laminée à chaud et bobinée, puis
- on décape la couche d'oxyde formée lors des étapes précédentes.

5 19 Procédé de fabrication d'une tôle laminée à froid et recuite, caractérisée en ce qu'elle comporte les étapes successives selon lesquelles :

- on approvisionne une tôle laminée à chaud, bobinée et décapée, fabriquée par le procédé selon la revendication 18 puis,
- 10 - on lamine à froid ladite tôle laminée à chaud, bobinée et décapée, pour obtenir une tôle laminée à froid, puis
- on recuit ladite tôle laminée à froid à une température comprise entre 740 et 820 °C pour obtenir une tôle laminée à froid et recuite.

15 20 Procédé de fabrication d'une tôle pré-revêtue, selon lequel on approvisionne une tôle laminée fabriquée selon le procédé 18 ou 19, puis on effectue un pré-revêtement en continu au trempé, ledit pré-revêtement étant de l'aluminium ou un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, ou du zinc ou un alliage de zinc ou à base de zinc.

20

21 Procédé de fabrication d'une tôle pré-revêtue et pré-alliée, selon lequel :

- on approvisionne une tôle laminée selon le procédé 19 ou 20, puis on effectue un pré-revêtement en continu au trempé d'un alliage d'aluminium ou à base d'aluminium, puis
- 25 - on effectue un pré-traitement thermique de ladite tôle pré-revêtue à de façon à ce que le pré-revêtement ne contienne plus d'aluminium libre, de phase τ_5 du type $Fe_3Si_2Al_{12}$, et τ_6 du type $Fe_2Si_2Al_9$

30 22 Procédé de fabrication, d'une pièce durcie sous presse selon l'une quelconque des revendications 12 à 17, comportant les étapes successives selon lesquelles :

- on approvisionne une tôle fabriquée par un procédé selon l'une quelconque des revendications 18 à 21, puis
 - on découpe ladite tôle pour obtenir un flan, puis
 - on effectue optionnellement une étape de déformation par emboutissage à froid dudit flan, puis
 - on chauffe ledit flan à une température comprise entre 810 et 950°C pour obtenir une structure totalement austénitique dans l'acier puis
 - on transfère le flan au sein d'une presse, puis
 - on emboutit à chaud ledit flan pour obtenir une pièce, puis
 - on maintient ladite pièce au sein de la presse pour obtenir un durcissement par transformation martensitique de ladite structure austénitique.
- 24 Utilisation d'une pièce durcie sous presse selon la revendication 13 à 18, ou fabriquée selon le procédé de la revendication 23, pour la fabrication de pièces de structure ou de renfort pour véhicules automobiles.

1/2

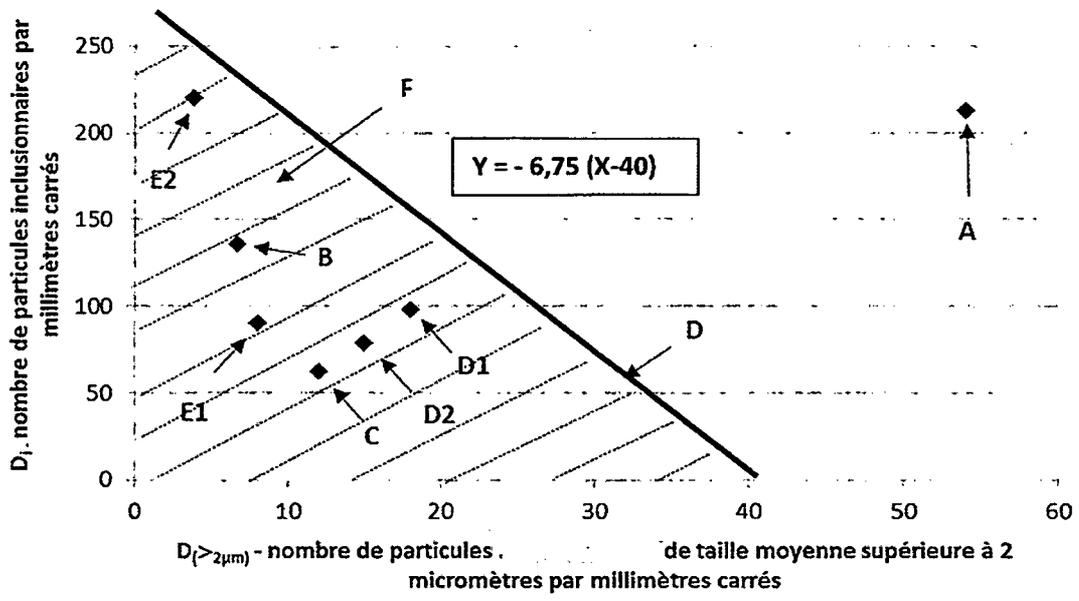


FIG 1

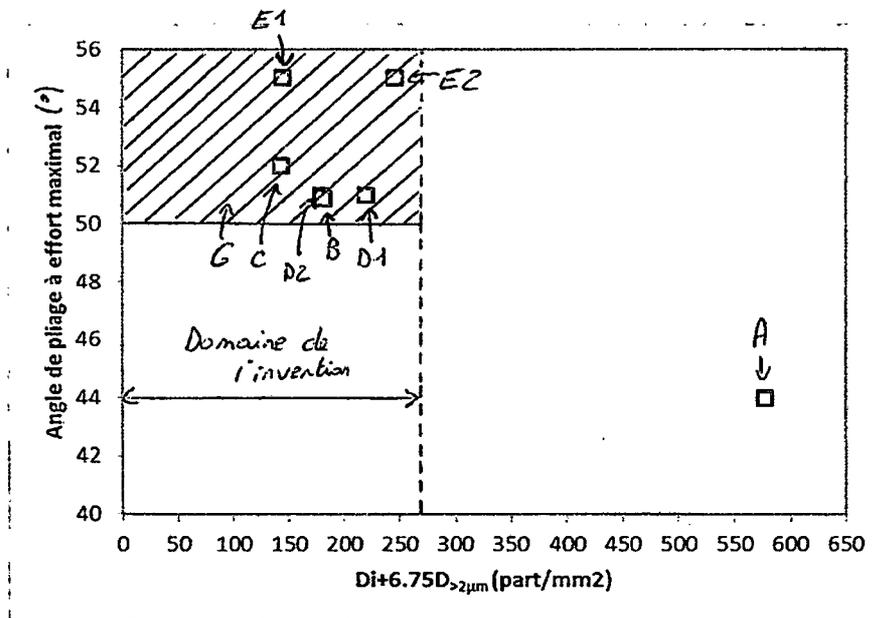


FIG 2

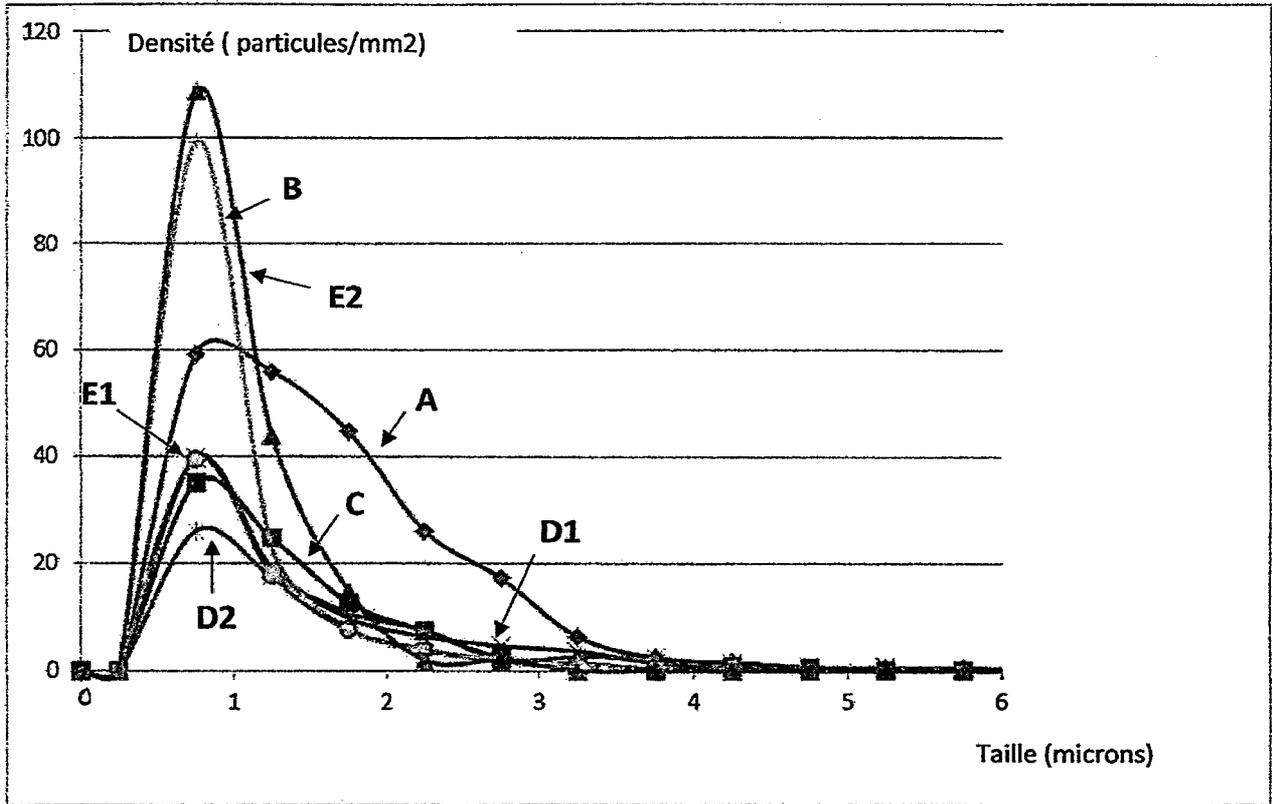


FIG 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/IB2017/000677
--

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER					
INV. C22C38/00	C21D8/00	C21D8/02	C21D9/00	C23C2/06	
C23C2/40	C21D9/46	C22C38/02	C22C38/04	C22C38/06	
C22C38/08	C22C38/12	C22C38/14	C22C38/18	C22C38/38	

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 C23C

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.
Y	WO 2016/016707 A1 (ARCELORMITTAL [LU]) 4 February 2016 (2016-02-04) cited in the application claims 1, 14-29	1-24
Y	----- CN 106 222 556 A (WUHAN IRON & STEEL CO LTD) 14 December 2016 (2016-12-14) claim 2 -----	1-24

<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.	<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
---	--

* Special categories of cited documents :	
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"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
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 5 February 2018	Date of mailing of the international search report 12/02/2018
---	---

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 Martinez Miró, M
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/IB2017/000677
--

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date																														
WO 2016016707	A1	04-02-2016	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 10%;">CA</td> <td style="width: 40%;">2956537 A1</td> <td style="width: 50%;">04-02-2016</td> </tr> <tr> <td>CN</td> <td>106574348 A</td> <td>19-04-2017</td> </tr> <tr> <td>EP</td> <td>3175006 A1</td> <td>07-06-2017</td> </tr> <tr> <td>JP</td> <td>2017525849 A</td> <td>07-09-2017</td> </tr> <tr> <td>KR</td> <td>20170029012 A</td> <td>14-03-2017</td> </tr> <tr> <td>KR</td> <td>20170132908 A</td> <td>04-12-2017</td> </tr> <tr> <td>US</td> <td>2017253941 A1</td> <td>07-09-2017</td> </tr> <tr> <td>US</td> <td>2017298465 A1</td> <td>19-10-2017</td> </tr> <tr> <td>WO</td> <td>2016016676 A1</td> <td>04-02-2016</td> </tr> <tr> <td>WO</td> <td>2016016707 A1</td> <td>04-02-2016</td> </tr> </table>	CA	2956537 A1	04-02-2016	CN	106574348 A	19-04-2017	EP	3175006 A1	07-06-2017	JP	2017525849 A	07-09-2017	KR	20170029012 A	14-03-2017	KR	20170132908 A	04-12-2017	US	2017253941 A1	07-09-2017	US	2017298465 A1	19-10-2017	WO	2016016676 A1	04-02-2016	WO	2016016707 A1	04-02-2016
CA	2956537 A1	04-02-2016																															
CN	106574348 A	19-04-2017																															
EP	3175006 A1	07-06-2017																															
JP	2017525849 A	07-09-2017																															
KR	20170029012 A	14-03-2017																															
KR	20170132908 A	04-12-2017																															
US	2017253941 A1	07-09-2017																															
US	2017298465 A1	19-10-2017																															
WO	2016016676 A1	04-02-2016																															
WO	2016016707 A1	04-02-2016																															
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%;">CN 106222556</td> <td style="width: 5%;">A</td> <td style="width: 20%;">14-12-2016</td> <td style="width: 50%;">NONE</td> </tr> </table>				CN 106222556	A	14-12-2016	NONE																										
CN 106222556	A	14-12-2016	NONE																														

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/IB2017/000677

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C22C38/00 C21D8/00 C21D8/02 C21D9/00 C23C2/06 C23C2/40 C21D9/46 C22C38/02 C22C38/04 C22C38/06 C22C38/08 C22C38/12 C22C38/14 C22C38/18 C22C38/38 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 C23C 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
Y	WO 2016/016707 A1 (ARCELORMITTAL [LU]) 4 février 2016 (2016-02-04) cité dans la demande revendications 1, 14-29 -----				1-24
Y	CN 106 222 556 A (WUHAN IRON & STEEL CO LTD) 14 décembre 2016 (2016-12-14) revendication 2 -----				1-24
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents <input checked="" type="checkbox"/> 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 5 février 2018			Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 12/02/2018		
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 Martinez Miró, M		

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/IB2017/000677

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2016016707	A1	04-02-2016	CA 2956537 A1 04-02-2016
			CN 106574348 A 19-04-2017
			EP 3175006 A1 07-06-2017
			JP 2017525849 A 07-09-2017
			KR 20170029012 A 14-03-2017
			KR 20170132908 A 04-12-2017
			US 2017253941 A1 07-09-2017
			US 2017298465 A1 19-10-2017
			WO 2016016676 A1 04-02-2016
			WO 2016016707 A1 04-02-2016

CN 106222556	A	14-12-2016	AUCUN
