

(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 2012/127125 A1**

(43) Date de la publication internationale  
27 septembre 2012 (27.09.2012)

WIPO | PCT

(51) Classification internationale des brevets :  
C21D 8/04 (2006.01) C22C 38/12 (2006.01)  
C22C 38/02 (2006.01) C22C 38/14 (2006.01)  
C22C 38/04 (2006.01) C23C 2/06 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2011/000173

(22) Date de dépôt international :  
24 mars 2011 (24.03.2011)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **ARCELORMITTAL INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO SL** [ES/ES]; CL/Chavarri, 6, S-48910 Sestao, Bizkaia (ES).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **PERLADE, Astrid** [FR/FR]; 10 Parc de l'Abbaye, 57050 Le Ban- St. Martin (FR). **AMARD, Aurélie** [FR/FR]; 4 boucle des Frères Lumière, F-57100 Thionville (FR). **PECHENOT, Florence** [FR/FR]; 9 rue des Prêles, F-57000 Metz (FR).

**STENBACK, Erik** [SE/FR]; 16 boulevard Clemenceau, F-57000 Metz (FR). **PIPARD, Jean-Marc** [FR/FR]; 6 Derrière la Loi, 57130 Vaux (FR).

(74) Mandataire : **PLAISANT, Sophie**; ArcelorMittal France, Research & Development Intellectual Property, 5, rue Luigi Cherubini, F-93200 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, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : HOT-ROLLED STEEL SHEET AND ASSOCIATED PRODUCTION METHOD

(54) Titre : TÔLE D'ACIER LAMINÉE À CHAUD ET PROCÉDÉ DE FABRICATION ASSOCIÉ

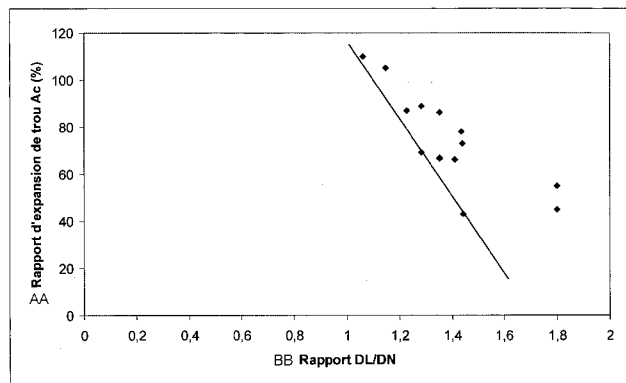


Figure 1

AA Hole expansion ratio Ac (%)  
BB DL/DN ratio

(57) Abstract : The invention relates mainly to a hot-rolled steel sheet having: a yield strength greater than 690 MPa and less than or equal to 840 MPa, strength of between 780 MPa and 950 MPa, elongation at break greater than 10 % and a hole expansion ratio (Ac) greater than 50%. The chemical composition of the sheet of the invention comprises the following, expressed by weight, namely:  $0.045\% \leq C \leq 0.065\%$ ,  $1.6\% \leq Mn \leq 1.9\%$ ,  $0.1\% \leq Si \leq 0.6\%$ ,  $0.095\% \leq Ti \leq 0.125\%$ ,  $0.025\% \leq Nb \leq 0.045\%$ ,  $0.01\% \leq Al \leq 0.1\%$ ,  $0.002\% \leq N \leq 0.007\%$ ,  $S \leq 0.004\%$ , the remainder comprising iron and inevitable impurities resulting from production. Moreover, the microstructure thereof is formed by: granular bainite, ferrite, less than 1.5 % cementite by area percentage, and carbonitrides of titanium and niobium, providing a hole expansion ratio (Ac) greater than or equal to 50%. The ratio between the grain size  $D_L$  measured parallel to the rolling direction and the grain size  $D_N$  measured perpendicularly to the rolling direction is less than or equal to 1.4. The invention also relates to methods for producing one such sheet, regardless of whether it has a low or high level of silicon.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]



WO 2012/127125 A1

EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, **Publiée :**  
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, — *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*  
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

---

L'invention porte principalement sur une tôle d'acier laminé à chaud de limite d'élasticité supérieure à 690 MPa et inférieure ou égale à 840 MPa, de résistance comprise entre 780 MPa et 950 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 10% et de rapport d'expansion de trou (Ac) supérieur à 50%. La composition chimique de la tôle de l'invention comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  $0,045\% \leq C \leq 0,065\%$ ,  $1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$ ,  $0,1\% \leq Si \leq 0,6\%$ ,  $0,095\% \leq Ti \leq 0,125\%$ ,  $0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$ ,  $0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$ ,  $0,002\% \leq N \leq 0,007\%$ ,  $S \leq 0,004\%$  le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration. Par ailleurs, sa microstructure est constituée de bainite granulaire, de ferrite, de cémentite en pourcentage surfacique inférieur à 1,5%, et de carbonitrides de titane et de niobium, ce dont il résulte un rapport d'expansion de trou (Ac) supérieur à 50%, et le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain  $D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage est inférieur ou égal à 1,4. L'invention porte également sur des procédés de fabrication d'une telle tôle selon qu'elle comporte un faible ou un fort taux de silicium.

## Tôle d'acier laminée à chaud et procédé de fabrication associé

L'invention concerne principalement une tôle d'acier laminée à chaud.

5 L'invention concerne en outre des procédés permettant de fabriquer une telle tôle d'acier.

Le besoin d'allègement des véhicules automobiles et d'accroissement de la sécurité ont conduit à l'élaboration d'aciers à haute résistance.

10 On a historiquement commencé par développer des aciers comprenant des éléments d'addition de façon à obtenir principalement un durcissement par précipitation.

Puis, on a proposé des aciers « Dual Phase » qui comportent de la martensite au sein d'une matrice ferritique de façon à obtenir un durcissement structural.

15 Afin d'obtenir des niveaux de résistance supérieure combinés à une aptitude à la déformation, on a développé des aciers « TRIP » (Transformation Induced Plasticity) dont la microstructure est constituée d'une matrice ferritique comportant de la bainite et de l'austénite résiduelle qui, sous l'effet d'une déformation, par exemple lors d'une opération d'emboutissage, se transforme en martensite.

20 Enfin, pour atteindre une résistance mécanique supérieure à 800 MPa, des aciers multiphasés à structure majoritairement bainitique ont été proposés. Ces aciers sont utilisés dans l'industrie, et particulièrement dans l'industrie automobile, pour réaliser des pièces structurales.

25 Ce type d'acier est décrit dans la publication EP 2 020 451. Afin d'obtenir un allongement à rupture supérieur à 10% ainsi qu'une résistance mécanique supérieure à 800 MPa, les aciers décrits dans cette publication comportent, outre la présence connue de carbone, de manganèse et de silicium, du molybdène et du vanadium. La microstructure de ces aciers comprend essentiellement de la bainite supérieure (au moins 80%) ainsi que de la bainite inférieure, de la  
30 martensite et de l'austénite résiduelle.

Cependant, la fabrication de ces aciers est coûteuse du fait de la présence de molybdène et de vanadium.

L'invention vise donc à mettre à disposition une tôle dont les coûts de fabrication sont inférieurs à la tôle issue de la publication EP 2 020 451

**COPIE DE CONFIRMATION**

De plus, certaines pièces automobiles telles que les poutres de pare-choc et les bras de suspension, sont fabriquées par des opérations de mise en forme combinant différents modes de déformation. Certaines caractéristiques microstructurales de l'acier peuvent se révéler bien adaptées à un mode de déformation, mais peu favorables vis-à-vis d'un autre mode. Certaines parties des pièces doivent présenter une haute résistance à l'allongement, d'autres doivent présenter une bonne aptitude à la mise en forme d'un bord découpé.

Cette dernière propriété est évaluée de la façon suivante : après réalisation d'un trou par découpe dans une tôle, on utilise un outil tronconique de façon à réaliser une expansion au niveau des bords de ce trou. C'est au cours de cette opération que l'on peut observer un endommagement précoce au voisinage des bords du trou lors de l'expansion, cet endommagement s'amorçant sur des particules de seconde phase ou aux interfaces entre les différents constituants microstructuraux dans l'acier.

Décrite dans la norme ISO 16630 :2009, la méthode d'expansion de trou consiste à mesurer le diamètre initial  $D_i$  du trou avant emboutissage, puis le diamètre final  $D_f$  du trou après emboutissage, déterminé au moment où l'on observe des fissures traversantes dans l'épaisseur de la tôle sur les bords du trou. On détermine alors l'aptitude à l'expansion de trou  $Ac\%$  selon la formule suivante :  $Ac\% = 100 \times \frac{(D_f - D_i)}{D_i}$ .  $Ac$  permet donc de quantifier l'aptitude d'une tôle à résister à un emboutissage au niveau d'un orifice découpé. Selon cette méthode, le diamètre initial est de 10 millimètres.

Dans ces conditions, l'invention vise à mettre à disposition une tôle d'acier dont le rapport d'expansion de trou  $Ac\%$  est supérieur à 50% et ce, pour toute la gamme d'épaisseur susceptible d'être obtenue par un laminage à chaud, soit de 1,8 à 4 millimètres.

Par ailleurs, l'invention vise une tôle d'acier à l'état non revêtu, ou électrozingué ou galvanisé. La composition et les caractéristiques mécaniques de l'acier doivent être compatibles avec les contraintes et les cycles thermiques des procédés de revêtement de zinc au trempé en continu.

L'invention a également pour but de proposer un procédé de fabrication d'une tôle d'acier ne nécessitant pas d'efforts de laminage importants, ce qui permet d'en assurer la fabrication dans une large gamme d'épaisseur.

L'invention a également pour but de mettre à disposition une tôle d'acier peu sensible aux problèmes de retour élastique lors d'opérations d'emboutissage à froid. A cet effet, la limite d'élasticité  $R_e$  ne doit pas être supérieure à 840 MPa. La limite d'élasticité ne doit pas être inférieure ou égale à 690 MPa pour satisfaire aux exigences d'allègement.

L'invention a également pour but de proposer une tôle d'acier aisément soudable par les procédés d'assemblage usuels.

Enfin, l'invention vise une tôle d'acier laminé à chaud de coût de fabrication économique, présentant conjointement une limite d'élasticité supérieure à 690 MPa et inférieure ou égale à 820 MPa, une résistance mécanique comprise entre 780 MPa et 950 MPa, un allongement à rupture supérieur à 10% et un rapport d'expansion de trou  $A_c\%$  supérieur à 50%. On entend par limite d'élasticité supérieure à 690 MPa, une limite d'élasticité strictement supérieur à 690 MPa.

A cet effet, l'invention propose une tôle d'acier laminé à chaud dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,045\% \leq C \leq 0,065\%$$

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$$

$$0,1\% \leq Si \leq 0,6\%$$

$$0,095\% \leq Ti \leq 0,125\%$$

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

$$0,002\% \leq N \leq 0,007\%$$

$$S \leq 0,004\%$$

$$P < 0,020\%$$

optionnellement

$$Cr \leq 0,6\%$$

$$Cu \leq 0,1\%$$

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

$$B \leq 0,003\%$$

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

dont la microstructure est constituée de bainite granulaire, de ferrite, de cémentite en pourcentage surfacique inférieur à 1,5%, et de carbonitrures de titane et de niobium, et

dont le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain  $D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage est inférieur ou égal à 1,4.

La tôle de l'invention peut également comporter les caractéristiques optionnelles suivantes prises isolément ou en combinaison :

- le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain  $D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage est inférieur ou égal à 1,3.
- le pourcentage surfacique de la bainite granulaire est compris entre 80% et 95% et le pourcentage surfacique de la ferrite est inférieur à 20%:
- la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  
 $0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,3\%$ , ou
- la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids:  
 $0,4\% \leq \text{Si} \leq 0,6\%$
- la densité de nitrures de titane de taille moyenne supérieure à 6 micromètres est inférieure ou égal à  $3/\text{mm}^2$ .
- la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  
 $0,0005\% \leq \text{Ca} \leq 0,005\%$
- la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids :  
 $0,0005\% \leq \text{Mg} \leq 0,005\%$

L'invention porte également sur un premier procédé de réalisation de la tôle précédemment énoncée.

Ce procédé est caractérisé en ce que qu'on approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

- $0,045\% \leq \text{C} \leq 0,065\%$
- $1,6\% \leq \text{Mn} \leq 1,9\%$
- $0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,3\%$
- $0,025\% \leq \text{Nb} \leq 0,045\%$
- $0,01\% \leq \text{Al} \leq 0,1\%$
- $0,002\% \leq \text{N} \leq 0,007\%$
- $\text{S} \leq 0,004\%$
- $\text{P} < 0,020$
- optionnellement :

Cr ≤ 0,6%

Cu ≤ 0,1%

Ni ≤ 0,25%

B ≤ 0,003%

5 le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables,  
en ce qu'on effectue un traitement sous vide ou au silico-calcium (SiCa), dans ce  
dernier cas, la composition comprend en outre en teneur en poids  $0,0005 \leq \text{Ca} \leq$   
 $0,005\%$ ,  
en ce qu'on ajoute une quantité de titane selon la teneur en poids  
10  $0,095\% \leq \text{Ti} \leq 0,125\%$   
étant entendu que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le  
métal liquide satisfont à  $\%[\text{Ti}] \times \%[\text{N}] < 6 \cdot 10^{-4} \%^2$ ,  
en ce qu'on coule l'acier pour obtenir un demi-produit coulé,  
en ce qu'on réchauffe éventuellement le dit demi-produit à une température  
15 comprise entre 1160°C et 1300°C,  
en ce qu'on lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin  
de laminage comprise entre 880°C et 930°C, le taux de réduction de l'avant  
dernière passe étant inférieur à 0,25, le taux de la dernière passe étant inférieur à  
0,15, la somme de ces deux taux de réduction étant inférieure à 0,37, la  
20 température de début de laminage de l'avant-dernière passe étant inférieure à  
960 °C, de façon à obtenir un produit laminé à chaud,  
puis en ce qu'on refroidit le dit produit laminé à chaud à une vitesse comprise  
entre 50 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud,  
puis en ce qu'on bobine la dite tôle à une température comprise entre 515 et 625  
25 °C.

Ce procédé peut également comporter les caractéristiques optionnelles  
suivantes prises isolément ou en combinaison :

- on bobine la tôle à une température comprise entre 550 et 625 °C.
- on bobine la tôle à une température comprise entre 515 et 560 °C.

30 Après bobinage et refroidissement jusqu'à la température ambiante, on  
décape la tôle, on réchauffe la tôle décapée à une température comprise entre  
600 et 750 °C, on refroidit la tôle décapée réchauffée à une vitesse comprise  
entre 5 et 20°C/s, et on revêt de zinc la tôle obtenue dans un bain de zinc  
adapté.

L'invention porte également sur un deuxième procédé de réalisation de la tôle précédemment décrite. Ce procédé est caractérisé en ce qu'on approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

5  $0,045\% \leq C \leq 0,065\%$

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$$

$$0,4\% \leq Si \leq 0,6\%$$

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

10  $0,002\% \leq N \leq 0,007\%$

$$S \leq 0,004\%$$

$$P < 0,020\%$$

optionnellement

$$Cr \leq 0,6\%$$

15  $Cu \leq 0,1\%$

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

$$B \leq 0,003\%$$

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

en ce qu'on effectue un traitement sous vide ou au SiCa, dans ce dernier cas, la  
20 composition comprend en outre en teneur en poids  $0,0005 \leq Ca \leq 0,005\%$ ,

en ce qu'on ajoute une quantité de titane selon la teneur en poids

$$0,095\% \leq Ti \leq 0,125\%$$

étant entendu que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le  
métal liquide satisfont à  $\%[Ti] \times \%[N] < 6 \cdot 10^{-4} \%^2$ , en ce qu'on coule l'acier pour  
25 obtenir un demi-produit coulé,

en ce qu'on réchauffe éventuellement le dit demi-produit à une température  
comprise entre 1160 et 1300°C,

en ce qu'on lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin  
de laminage comprise entre 880 et 930°C, le taux de réduction de l'avant dernière  
30 passe étant inférieur à 0,25, le taux de la dernière passe étant inférieur à 0,15, la  
somme des deux taux de réduction étant inférieure à 0,37, la température de  
début de laminage de l'avant dernière passe étant inférieure à 960 °C, de façon à  
obtenir un produit laminé à chaud,



puis en ce qu'on refroidit le produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 60 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud, puis en ce qu'on maintient optionnellement la tôle pendant une période de 2 à 10 secondes à une température comprise entre 640 et 700 °C, 5 puis en ce qu'on refroidit la tôle à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s, et en ce qu'on bobine la dite tôle obtenue à une température comprise entre 400 et 500 °C.

Avantageusement, on maintient la tôle pendant une période de 2 à 10 secondes à une température comprise entre 640 et 700 °C après avoir refroidi le 10 produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 60 et 150 °C/s, et avant d'avoir refroidi la tôle à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description ci-dessous, donnée à titre d'exemple et faite en référence à la figure unique annexée sur laquelle est représentée l'évolution du rapport 15 d'expansion de trou Ac% en fonction du caractère équiaxe des grains, celui-ci étant observé sur une surface polie et attaquée.

Selon l'invention, la teneur en poids en carbone est comprise entre 0,045% et 0,065 %. Cette gamme de teneur en carbone permet d'obtenir simultanément un allongement à rupture élevé et une résistance mécanique supérieure à 780 20 MPa. Pour une teneur en carbone plus élevée, en particulier au-delà de 0,095%, l'aptitude au soudage tend à diminuer (Tableau 1).

Par ailleurs, la teneur maximale en poids en carbone est fixée à 0,065% ce qui permet d'assurer la transformation complète d'austénite en bainite granulaire et évite ainsi la formation de martensite et d'austénite et la formation conjuguée de 25 secondes phases dures limitant l'aptitude à l'expansion de trou. Cette teneur maximale permet donc d'obtenir un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 50%.

Selon l'invention, la teneur en poids en manganèse est comprise entre 1,6% et 1,9 %. Présent en telle quantité, le manganèse participe à la résistance de la tôle 30 et limite la formation d'une bande de ségrégation centrale. Il contribue à obtenir un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 50%.

Une teneur en poids en aluminium comprise entre 0,01% et 0,1% permet d'assurer la désoxydation de l'acier pendant sa fabrication.

Selon l'invention, la composition chimique de la tôle d'acier laminée à chaud comporte également du titane et du niobium. Ces deux éléments confèrent notamment à la tôle la résistance visée, le durcissement nécessaire et le rapport d'expansion de trou Ac% visé.

5 Le titane est plus particulièrement présent dans l'acier en quantité comprise entre 0,095% et 0,125% en poids. En deçà de 0,095 %, la résistance mécanique de 780 MPa n'est pas atteinte et au-delà de 0,125%, il existe des risques de précipitation des nitrures de titane grossiers qui peuvent conduire à un endommagement précoce lors de l'expansion de trou. En effet, lorsque des  
10 nitrures de taille supérieure à 6 microns sont présents, on constate que ceux-ci sont majoritairement à l'origine des décohésions avec la matrice lors des étapes de découpe et d'emboutissage.

En outre, il est prévu que la teneur en poids de l'azote soit comprise entre 0,002% et 0,007%. L'azote doit être inférieur à 0,007% dans le but d'éviter une  
15 précipitation précoce de nitrures dans le métal liquide. Quoique la teneur en azote puisse être extrêmement basse, on fixe sa valeur limite à 0,002% de façon à ce que la fabrication puisse être réalisée dans des conditions économiquement satisfaisantes.

Concernant le niobium, sa teneur en poids dans la composition de l'acier est  
20 comprise entre 0,025% et 0,045% et de préférence entre 0,025% et 0,035%. En teneur massique supérieure à 0,025%, le niobium durcit efficacement par la formation de carbonitrures très fins. Cependant, au delà d'une teneur en poids de 0,045 %, la recristallisation de l'austénite est retardée. La structure contient alors une fraction significative de grains allongés, ce qui ne permet plus d'atteindre le  
25 rapport d'expansion de trou Ac% visé.

L'addition conjointe de titane et de niobium dans les proportions indiquées ci-dessus, permet d'atteindre des propriétés de durcissement et d'aptitude à l'expansion de trou optimales.

Ainsi, l'acier selon l'invention ne comporte pas d'addition coûteuse de  
30 Molybdène.

A titre optionnel, la composition peut comporter du chrome en quantité inférieure ou égale à 0,6%, de façon à améliorer la qualité de surface, tout particulièrement dans une teneur comprise entre 0,3 et 0,6%. Sa présence n'est

cependant pas absolument nécessaire, ce qui présente l'avantage d'éviter des additions coûteuses.

La composition peut également comprendre la présence optionnelle de cuivre en quantité comprise jusqu'à 0,1%, et/ou de nickel en quantité comprise  
5 jusqu'à 0,25%.

Dans le but d'améliorer la qualité de surface, la composition peut également comporter à titre optionnel du bore en quantité inférieure ou égale à 0,003%, et préférentiellement entre 0,0015 et 0,0025%.

Selon l'invention, le silicium est présent dans la composition chimique de la  
10 tôle, selon une teneur en poids comprise entre 0,1% et 0,6%.

Le silicium retarde la précipitation de la cémentite. Dans les quantités définies selon l'invention, celle-ci précipite en quantité très faible, c'est-à-dire en teneur surfacique inférieure à 1,5% et sous une forme très fine. Cette morphologie plus fine de la cémentite permet d'obtenir une aptitude à l'expansion de trou élevée,  
15 supérieure à 50%.

C'est la raison pour laquelle on distingue selon l'invention deux familles de tôles. La première famille pour laquelle la teneur en poids en silicium est comprise entre 0,1% et 0,3% et présentant un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 50%, et une deuxième famille de tôles pour laquelle la teneur en poids en silicium  
20 est comprise entre 0,4% et 0,6% et qui présente un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 65%. La limite supérieure de la teneur en silicium est conditionnée par des aspects de revêtabilité dans les cas où la tôle subirait une opération de revêtement métallique au trempé.

Dans le cas de la première famille, on préférera une teneur en poids minimum  
25 en silicium de 0,18%.

La teneur en soufre de l'acier selon l'invention est inférieure à 0,004% dans le but de limiter la formation de sulfures, notamment de sulfures de manganèse.

Les faibles teneurs en soufre et en azote présents dans la composition de la tôle favorisent l'aptitude à l'expansion de trou.

La teneur en phosphore de l'acier selon l'invention est inférieure à 0,020%  
30 dans le but de favoriser l'aptitude à l'expansion de trou et la soudabilité.

On peut par ailleurs prévoir que la composition de l'acier inclut la présence de calcium pour une teneur en poids comprise entre 0,0005% et 0,005% et/ou la

présence de magnésium pour une teneur en poids comprise entre 0,0005 et 0,005%.

Ces deux éléments permettent de former de fins oxydes ou oxysulfures de calcium et de magnésium. Ceux-ci servent de germes à une précipitation ultérieure très fine de nitrures/carbonitrures de titane. La réduction de la taille des carbonitrures permet alors d'obtenir une meilleure aptitude à l'expansion de trou. La microstructure de la tôle de l'invention comporte de la bainite granulaire.

La bainite granulaire se distingue de la bainite supérieure et inférieure. On se réfère à l'Article *Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Steels – Materials Science Forum Vol 500-501, pp 387-394 ; Nov2005* pour la définition de la bainite granulaire.

En accord avec cet article, on définit la bainite granulaire composant la microstructure de la tôle de l'invention comme présentant une proportion importante de grains adjacents fortement désorientés et une morphologie irrégulière des grains.

Selon l'invention, la cémentite est présente en faible quantité, limitée par une fraction surfacique n'excédant pas 1,5%. L'endommagement intervenant entre la matrice bainitique et la cémentite nettement plus dure, est ainsi limité. Cette faible teneur en cémentite provient notamment de l'ajout de silicium utilisé et permet d'obtenir une tôle d'acier avec un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 50%.

La tôle peut contenir jusqu'à 20% de ferrite en pourcentage surfacique.

Enfin, selon l'invention, la tôle contient également des carbonitrures de titane et de niobium.

La tôle de l'invention est exempte de martensite et d'austénite, ce qui permet d'éviter la présence de secondes phases dures qui auraient pour effet de limiter le rapport d'expansion de trou Ac%. La microstructure de la tôle de l'invention est homogène, principalement constituée de bainite granulaire et éventuellement de ferrite et de cémentite dans des proportions déterminées et indiquées plus haut. Le durcissement de la tôle est obtenu par précipitation et on constate l'absence de secondes phases dures évoquées précédemment.

On se réfère à la figure 1 qui illustre la relation entre le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain

$D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage, et le rapport d'expansion de trou  $A_c$ .

Le rapport  $D_L/D_N$  est déterminé de la façon suivante : on observe la microstructure, sur coupe polie et attaquée au moyen d'un réactif connu en lui-même, par microscopie optique à des grossissements allant de 500 à 1500x environ sur une surface qui comporte une population de grains statistiquement représentative. On détermine au moyen d'un logiciel d'analyse d'images connu en lui-même, tel que par exemple par cartographie EBSD (Electron Back Scattered Diffraction), les tailles moyennes de grains mesurées parallèlement ( $D_L$ ) et perpendiculairement ( $D_N$ ) à la direction de laminage. Le rapport  $D_L/D_N$  caractérise donc l'allongement moyen des grains dans le sens du laminage, autrement appelé le caractère équiaxe.

Comme il est présenté à la figure 1, les inventeurs ont mis en évidence qu'il existe un rapport entre le coefficient d'expansion de trou  $A_c\%$  et le rapport  $D_L/D_N$ . La droite portée à la figure 1 indique l'enveloppe inférieure des résultats expérimentaux et permet de déterminer, à niveau d'expansion de trou donné, la valeur du rapport  $D_L/D_N$  qu'il convient de ne pas excéder, pour atteindre ce niveau donné. On met ainsi en évidence que pour obtenir un coefficient  $A_c$  supérieur à 50%, le rapport  $D_L/D_N$  doit être inférieur ou égal à 1,4, ce qui signifie que les grains doivent être relativement équiaxes. Pour obtenir un rapport d'expansion de trou  $A_c\%$  supérieur à 65 ou à 100%, le rapport  $D_L/D_N$  doit être respectivement inférieur ou égal à 1,3 ou 1,1.

Par ailleurs, le pourcentage surfacique de la bainite granulaire est compris entre 80% et 95% et le pourcentage surfacique de la ferrite est inférieur à 20%.

Afin d'obtenir une teneur surfacique en cémentite inférieure à 1,5%, la teneur en silicium est comprise entre 0,1 et 0,6% en poids.

Le Tableau 1 ci-dessous montre l'influence de la composition chimique et des conditions de fabrication d'une tôle d'acier laminé à chaud sur la microstructure et la résistance mécanique, l'allongement à rupture, le rapport d'expansion de trou  $A_c\%$  et le rapport  $D_L/D_N$ .

Toutes ces compositions d'acier ont une teneur en phosphore inférieure à 0,020% en poids.

Ce tableau donne également des informations sur le coût de fabrication de la tôle, sur la facilité de fabriquer des tôles laminées à chaud dans une gamme d'épaisseur allant de 1,8 à 4 millimètres, ainsi que sur la soudabilité.

Ce tableau indique également la présence plus ou moins importante de composés « M-A », c'est à dire « Martensite-Austénite résiduelle ». En raison de leur dureté intrinsèque (martensite) ou de leur aptitude à former de la martensite sous l'influence d'une déformation (austénite résiduelle), la présence de ces composés qui associent en proportion variable de la martensite et de l'austénite résiduelle, est néfaste pour l'obtention de valeurs élevées de rapports d'expansion de trou.

Toutes les compositions selon l'invention sont telles que la densité de TiN de taille moyenne supérieure à 6 micromètres, est inférieure ou égale à  $3/\text{mm}^2$ .

Le contre exemple 1 correspond à une tôle de la publication EP 2 020 451. Dans cette tôle, comme expliqué plus haut, la présence de vanadium et de molybdène engendre des coûts trop importants.

Le contre exemple 2 montre qu'en l'absence de molybdène et en présence de vanadium, la tôle obtenue présente une résistance maximale en traction trop basse.

Cette résistance maximale en traction  $R_m$  peut être augmentée par ajout de carbone et de niobium (contre exemple 3), mais dans ce cas, le rapport d'expansion de trou est insuffisant.

Dans le contre-exemple 4, une teneur en niobium de 0,03%, une faible teneur en titane et la présence de chrome une fois encore une résistance maximale en traction trop basse.

Les contre-exemples 2, 3 et 4 présentent en outre une présence trop importante de composés M-A précédemment définis.

Dans les contre-exemples 5 et 6, les teneurs en niobium et en titane sont élevées. On observe qu'avec (contre-exemple 5) ou sans (contre-exemple 6) molybdène, le rapport d'expansion de trou est insuffisant et le rapport  $D_L/D_N$  est trop élevé. En outre, pour le contre-exemple 5, des teneurs élevées en niobium et en molybdène engendrent des problèmes de faisabilité dimensionnelle.

Enfin, le contre-exemple 7 diffère des exemples 3 à 5 en ce qu'il présente une teneur en azote élevée. On constate dans ce cas un rapport d'expansion de

trou de 53,4% alors que pour une teneur en silicium haute, l'invention vise un rapport d'expansion de trou supérieur à 65%.

Les exemples 1 et 2 entrent dans le cadre de l'invention pour une teneur en silicium comprise entre 0,1 % et 0,3%.

5 Les exemples 3 à 5 entrent également dans le cadre de l'invention pour une teneur en silicium comprise entre 0,4% et 0,6%.

En raison de l'absence d'éléments durcissants (Mo notamment) et de la teneur limitée en niobium, les aciers selon l'invention permettent une fabrication aisée par laminage à chaud dans une large gamme d'épaisseur.

**TABEAU 1**

	Composition chimique (en %)													Rapport d'allongement des grains DN/ DL
	C	Mn	Si	Al	S	Cr	Mo	Nb	Ti	V	N			
Contre Exemple 1	0,076	1,661	0,22	0,03	0,003	0,408	0,307	-	-	0,154	0,007			
Contre Exemple 2	0,095	2,054	0,21	0,035	0,002	0,399	-	-	-	0,162	0,003			
Contre Exemple 3	0,125	2,067	0,204	0,038	0,001	0,402	-	0,031	-	0,164	0,004			
Contre Exemple 4	0,06	2,011	0,502	0,04	0,002	0,514	-	0,03	0,023	-	0,004			
Contre Exemple 5	0,05	1,66	0,227	0,035	0,003	-	0,145	0,067	0,09	-	0,006			
Contre Exemple 6	0,057	1,626	0,206	0,033	0,002	-	-	0,089	0,086	-	0,005			
Contre Exemple 7	0,061	1,75	0,5	0,036	0,004	-	-	0,03	0,112	-	0,008			
Exemple 1	0,05	1,7	0,2	0,033	0,002	-	-	0,04	0,105	-	0,005			
Exemple 2	0,049	1,64	0,215	0,032	0,003	-	-	0,041	0,112	-	0,004			
Exemple 3	0,05	1,7	0,5	0,033	0,002	-	-	0,04	0,105	-	0,005			
Exemple 4	0,049	1,63	0,49	0,032	0,002	-	-	0,04	0,11	-	0,004			
Exemple 5	0,06	1,77	0,49	0,04	0,002	-	-	0,031	0,111	-	0,003			
	Coût analytique	Faisabilité épaisseur	Soudabilité	Fraction d'flois M-A	Limite d'élasticité Re (Mpa)	Résistance maximale en traction Rm (Mpa)	Allongement total à rupture (%)	Expansion de trou (Méthode ISO) (%)						
Contre Exemple 1	●	○	○	○	760	867	10	64	ND					
Contre Exemple 2	●	○	●	●	690	750	13,4	ND	ND	●	Mauvais			
Contre Exemple 3	●	○	●	●	765	847	16,6	33,3	ND	○	Moyen			
Contre Exemple 4	○	○	○	●	674	730	18,1	ND	ND	○	Bon			
Contre Exemple 5	●	●	○	○	836	878	13,4	45	1,8	ND	Non Déterminé			
Contre Exemple 6	○	●	○	○	813,5	820	13,5	43,1	1,44					
Contre Exemple 7	○	○	○	○	767	802	16,5	53,4	ND					
Exemple 1	○	○	○	○	816,5	821	14,8	66,5	1,35					
Exemple 2	○	○	○	○	818	824	14,4	78	ND					
Exemple 3	○	○	○	○	809,5	824,5	15,2	69,2	1,28					
Exemple 4	○	○	○	○	778	794	14,6	92,5	ND					
Exemple 5	○	○	○	○	767	798,5	20,7	76,9	ND					



Le procédé de fabrication d'une tôle d'acier précédemment définie et comportant une teneur en poids en silicium comprise entre 0,1% et 0,3% comprend les étapes suivantes :

On approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids:

$$0,045\% \leq C \leq 0,065\%$$

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$$

$$0,1\% \leq Si \leq 0,3\%$$

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

$$0,002\% \leq N \leq 0,007\%$$

$$S \leq 0,004\%,$$

$$P < 0,020\% \text{ et optionnellement :}$$

$$Cr \leq 0,6\%$$

$$Cu \leq 0,1\%$$

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

$$B \leq 0,003\%,$$

le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables.

On effectue ensuite sur le métal liquide soit un traitement sous vide, soit un traitement au silico- calcium (SiCa), auquel cas il sera prévu que la composition comprend en outre en teneur en poids en  $0,0005 \leq Ca \leq 0,005\%$ ,

Dans le métal liquide contenant une teneur en azote [N] dissous, on ajoute ensuite une quantité de titane [Ti] comprise entre 0,095% et 0,125%, de façon que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le métal liquide satisfassent à  $\%[Ti] \%[N] < 6 \cdot 10^{-4} \%^2$ .

Dans ces conditions, les nitrures de titane ne précipitent pas précocement sous forme grossière dans le métal liquide, ce qui aurait pour effet de réduire l'aptitude à l'expansion de trou. La précipitation du titane intervient à plus basse température sous forme de carbonitrures fins répartis uniformément. Cette précipitation fine contribue au durcissement et à l'affinement de la microstructure.

Puis on coule l'acier pour obtenir un demi-produit coulé. Ceci peut se faire préférentiellement par coulée continue. Très préférentiellement, la coulée peut être réalisée entre cylindres contra-rotatifs pour obtenir un demi-produit coulé sous forme de brames minces ou de bandes minces. En effet, ces modes de coulée conduisent à une

diminution de la taille des précipités, favorables à l'expansion de trou sur le produit obtenu à l'état final.

Le demi-produit obtenu est ensuite réchauffé à une température comprise entre 1160 et 1300°C. En deçà de 1160 °C, la résistance mécanique en traction visée de 780 MPa n'est pas atteinte. Naturellement, dans le cas d'une coulée directe de brames minces, l'étape de laminage à chaud des demi produits débutant à plus de 1160°C peut se faire directement après coulée, c'est à dire sans refroidissement du demi produit jusqu'à température ambiante, et donc sans qu'il ne soit nécessaire d'effectuer une étape de réchauffage. Puis, on lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin de laminage comprise entre 880 et 930 °C, le taux de réduction de l'avant dernière passe étant inférieure à 0,25, le taux de la dernière passe étant inférieure à 0,15, la somme des deux taux de réduction étant inférieure à 0,37, la température de début de laminage de l'avant dernière passe étant inférieure à 960 °C, de façon à obtenir un produit laminé à chaud.

On lamine donc au cours des deux dernières passes à une température inférieure à la température de non recristallisation, ce qui empêche la recristallisation de l'austénite. On vise ainsi à ne pas provoquer une déformation excessive de l'austénite lors de ces deux dernières passes.

Ces conditions permettent de créer un grain le plus équiaxe possible afin de satisfaire les exigences relatives au rapport d'expansion de trou Ac%.

Après laminage, on refroidit le produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud. Ce mode de refroidissement est dit « direct ».

Enfin, on bobine la tôle obtenue à une température comprise entre 515 et 625°C. Cette température est importante puisqu'une température de bobinage supérieure à 625 °C conduira à un rapport d'expansion de trou Ac% inférieur à 50%.

Dans le cas de la fabrication d'une tôle non revêtue, la température de bobinage sera comprise entre 550 et 625°C afin que la précipitation soit la plus dense et la plus durcissante possible.

Dans le cas de la fabrication d'une tôle destinée à être soumise à une opération de galvanisation, la température de bobinage sera comprise entre 515 et 560 °C et ce, afin de compenser la précipitation complémentaire intervenant lors du traitement de réchauffage associé à l'opération de galvanisation.

Dans ce dernier cas, la tôle bobinée sera ensuite décapée puis réchauffée à une température comprise entre 600 et 750 °C. La tôle sera alors refroidie à une vitesse comprise entre 5 et 20°C/s, puis revêtue de zinc dans un bain de zinc adapté.

Dans le cas d'une tôle d'acier précédemment définie et comportant une teneur  
5 en poids en silicium comprise entre 0,4% et 0,6%, le procédé de fabrication comprend les étapes suivantes :

On approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,045\% \leq C \leq 0,065\%$$

10  $1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$

$$0,4\% \leq Si \leq 0,6\%$$

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

$$0,002\% \leq N \leq 0,007\%$$

15  $S \leq 0,004\%$ ,

$$P < 0,020\% \text{ et optionnellement}$$

$$Cr \leq 0,6\%$$

$$Cu \leq 0,1\%$$

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

20  $B \leq 0,003\%$

le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables.

On effectue ensuite soit un traitement sous vide ou au SiCa auquel cas la composition comprend en outre en teneur en poids  $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$ ,

Puis on ajoute une quantité de titane selon la teneur en poids  $0,095\% \leq Ti \leq$   
25  $0,125\%$  et on contrôle que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le métal liquide satisfont à  $\%[Ti] \%[N] < 6 \cdot 10^{-4} \%^2$ .

On coule l'acier pour obtenir un demi-produit coulé, et on réchauffe le dit demi produit à une température comprise entre 1160 et 1300°C lorsque celui-ci n'est pas obtenu par coulée directe de brames minces.

30 On lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin de laminage comprise entre 880 et 930 °C, les deux dernières passes de laminage s'effectuent de la même façon et pour les mêmes effets que pour la fabrication d'une tôle à faible teneur en silicium. Le taux de réduction de l'avant dernière passe est inférieur à 0,25, le taux de la dernière passe est inférieur à 0,15, la somme des deux

taux de réduction est inférieure à 0,37 et la température de début de laminage de l'avant dernière passe étant inférieure à 960 °C. On obtient alors un produit laminé à chaud.

5 Ce produit est refroidi à une vitesse comprise entre 60 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud,

10 La tôle est ensuite optionnellement maintenue pendant une période de 2 à 10 secondes à une température comprise entre 640 et 700 °C. Ce maintien en température est destiné à favoriser la transformation dans un domaine de transformation ferritique de façon à obtenir une ferrite relativement équiaxe. Ce maintien permet également de conserver un durcissement par précipitation. Ce maintien est réalisé en laissant la tôle à l'air calme.

15 Moyennant une légère perte du caractère équiaxe de la ferrite cette étape peut être omise, ce qui peut se révéler avantageux pour raccourcir la durée totale du cycle de refroidissement, en particulier pour une unité de production ne disposant pas d'une table de refroidissement suffisamment longue après le laminage à chaud.

On refroidit ensuite la tôle à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s au moyen de jets d'eau et on bobine la tôle refroidie à une température comprise entre 400 et 500°C. Ce mode de refroidissement est dit « en plusieurs étapes ».

La tôle obtenue présente un rapport d'expansion de trou Ac% supérieur à 65%.

20 Sur le Tableau 2 ci-dessous, on a fait varier la température de réchauffage de brame, le mode de refroidissement et/ou la température de bobinage pour deux tôles de compositions chimiques différentes, l'une contenant 0,215% de Si (acier A), l'autre 0,490%Si (acier B)

25 Dans le cas de l'acier de composition A, lorsque la température de bobinage est trop élevée (650°C, essai B2), le rapport d'expansion Ac de trou est nettement inférieur à 50%.

Dans le cas de l'acier de composition B, lorsque la température de réchauffage de brame est seulement de 1150°C (essai B1), la résistance mécanique visée de 780 MPa n'est pas atteinte.

30 Pour cet acier de composition B qui comporte une teneur en silicium de 0,490%, il est possible de viser un rapport d'expansion de trou supérieur à 65%. Lorsque le refroidissement est effectué par mode direct, il n'est pas possible d'obtenir une telle valeur, que la température de bobinage soit de 650 ou de 620°C (essais B4, B5)

Par contre, lorsque le refroidissement est effectué par plusieurs étapes suivant les conditions de l'invention, l'aptitude à l'expansion de trou passe à 98% (essai B6, temps de maintien : 3 secondes.

5 D'autres essais ont été également réalisés sur un acier contenant 0,245% de Si dont la composition figure sur le tableau 3 ci-dessous. On a déterminé la limite d'élasticité  $R_e$ , la résistance  $R_m$ , et l'allongement à rupture  $A$ . Ces essais ont été réalisés à partir d'une brame réchauffée à 1240°C, laminée à chaud jusqu'à une température de fin de laminage de 900°C, refroidie directement à 70°C/s, puis bobinée à une température comprise entre 440 et 585°C et refroidie jusqu'à température  
10 ambiante. La tôle est ensuite réchauffée jusqu'à une température comprise entre 580 et 720°C avant d'être galvanisée en continu dans un bain de Zn.

Pour l'essai C1, la température de bobinage trop faible ne permet pas une précipitation et un durcissement suffisant, la résistance n'atteint pas 780MPa. Il en est de même pour l'essai C2, où l'on a augmenté la température de réchauffage avant  
15 galvanisation, sans que l'on arrive à atteindre la résistance voulue.

Pour les essais C3 et C5, le durcissement a été excessif et la limite d'élasticité dépasse le niveau recherché de 840MPa.

**TABLEAU 2**

	N° d'essai	Température de réchauffage de brame (°C)	Température de fin de laminage (°C)	Mode de refroidissement	Température de bobinage (°C)	Limite d'élasticité Re (Mpa)	Résistance maximale en traction Rm (MPa)	Allongement total à rupture (%)	Expansion de trou Ac(Méthode ISO) (%)
Effet T bobinage	Composition B	<u>1150</u>	900	<u>Direct</u>	500	<u>672</u>	<u>703</u>	18,1	112
	Composition A	1240	900	Direct	<u>650</u>	824	833	15,3	<u>34</u>
	Composition A	1240	900	Direct	560	836,5	847	14,5	50
	Composition B	1240	900	<u>Direct</u>	<u>650</u>	821,5	833,5	15,1	<u>47</u>
	Composition B	1240	900	<u>Direct</u>	<u>620</u>	<u>877</u>	887,5	14,4	<u>46</u>
	Composition B	1250	900	plusieurs étapes	500	803	816,5	14,7	98

20

	C	Mn	Si	Al	Nb	Ti	N	S	P
Composition A	0,049	1,64	0,215	0,032	0,041	0,112	0,004	0,003	0,018
Composition B	0,049	1,63	0,49	0,032	0,04	110	0,004	0,002	0,018

TABLEAU 3

N° essai	Température de bobinage (°C)	Température de réchauffage avant galvanisation (°C)	Limite d'élasticité Re (MPa)	Résistance mécanique Rm (MPa)	A (%)						
C1	<u>440</u>	<u>580</u>	695	<u>765</u>	12,4						
C2	<u>440</u>	630	708	<u>774</u>	<u>8,5</u>						
C3	<u>500</u>	720	842	888	12,4						
C4	540	660	771	824	14						
C5	<u>585</u>	680	<u>825</u>	858	14,2						
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Cu	Nb	Ti	N
0,0528	0,245	1,791	0,0114	0,0015	0,0299	0,0248	0,0359	0,0295	0,0286	0,0995	0,007

## REVENDEICATIONS

5 1. Tôle d'acier laminé à chaud de limite d'élasticité supérieure à 690 MPa et inférieure ou égale à 840 MPa, de résistance comprise entre 780 MPa et 950 MPa, d'allongement à rupture supérieur à 10% et de rapport d'expansion de trou (Ac) supérieur à 50%, dont la composition chimique comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

10

$$0,045\% \leq C \leq 0,065\%$$

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$$

$$0,1\% \leq Si \leq 0,6\%$$

$$0,095\% \leq Ti \leq 0,125\%$$

15

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

$$0,002\% \leq N \leq 0,007\%$$

$$S \leq 0,004\%$$

$$P < 0,020$$

20

optionnellement

$$Cr \leq 0,6\%$$

$$Cu \leq 0,1\%$$

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

$$B \leq 0,003\%$$

25

le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de l'élaboration, dont la microstructure est constituée de bainite granulaire, de ferrite, de cémentite en pourcentage surfacique inférieur à 1,5%, et de carbonitrides de titane et de niobium, et le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain  $D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage est

30 inférieur ou égal à 1,4.

2. Tôle d'acier selon la revendication 1, caractérisée en ce que le rapport entre la taille de grain  $D_L$  mesurée parallèlement à la direction de laminage et la taille de grain  $D_N$  mesurée perpendiculairement à la direction de laminage est inférieur ou égal à 1,3.



3. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le pourcentage surfacique de la bainite granulaire est compris entre 80% et 95% et en ce que le pourcentage surfacique de la ferrite est inférieur à 20%.

5

4. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids:

10  $0,1\% \leq \text{Si} \leq 0,3\%$

5. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la composition de l'acier comprend, les teneurs étant exprimées en poids:

15  $0,4\% \leq \text{Si} \leq 0,6\%$

15

6. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la densité de nitrures de titane de taille moyenne supérieure à 6 micromètres est inférieur ou égal à  $3/\text{mm}^2$ .

20 7. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la composition de l'acier comprend en teneur en poids :

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

25 8. Tôle d'acier selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la composition de l'acier comprend en teneur en poids:

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

9. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud de limite d'élasticité supérieure à 690 MPa et inférieure ou égale à 840 MPa, de résistance comprise entre 780 MPa et 950 MPa et d'allongement à rupture supérieur à 10%, caractérisé en ce qu'on approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids

30

$$0,045\% \leq \text{C} \leq 0,065\%$$

$$1,6\% \leq \text{Mn} \leq 1,9\%$$

35

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

$0,025\% \leq \text{Nb} \leq 0,045\%$

$0,01\% \leq \text{Al} \leq 0,1\%$

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

$\text{S} \leq 0,004\%$ ,

5  $\text{P} < 0,020\%$ ,

optionnellement

$\text{Cr} \leq 0,6\%$

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

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

10  $\text{B} \leq 0,003\%$ ,

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

en ce qu'on effectue un traitement sous vide ou au SiCa, dans ce dernier cas, la composition comprend en outre, les teneurs étant exprimées en poids

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

15 en ce qu'on ajoute une quantité de titane selon la teneur en poids

$0,095\% \leq \text{Ti} \leq 0,125\%$

en ce que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le métal liquide satisfont à  $\%[\text{Ti}] \%[\text{N}] < 6 \cdot 10^{-4} \%^2$ , en ce qu'on coule l'acier pour obtenir un demi-produit coulé,

20 en ce qu'on réchauffe éventuellement le dit demi-produit à une température comprise entre 1160°C et 1300°C, puis

en ce qu'on lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin de laminage comprise entre 880°C et 930 °C, le taux de réduction de l'avant-dernière passe étant inférieur à 0,25, le taux de la dernière passe étant inférieur à 0,15, la

25 somme des deux taux de réduction étant inférieure à 0,37, la température de début de laminage de l'avant dernière passe étant inférieure à 960 °C, de façon à obtenir un produit laminé à chaud, puis

en ce qu'on refroidit le dit produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud,

30 et en ce qu'on bobine la dite tôle à une température comprise entre 515 et 625 °C.

10: Procédé de fabrication d'une tôle laminée à chaud selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'on bobine la tôle à une température comprise entre 550 et 625 °C.

11. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à chaud selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'on bobine la tôle à une température comprise entre 515 et 560 °C, en ce qu'on décape la dite tôle, puis

en ce qu'on réchauffe la tôle décapée à une température comprise entre 600 et 750 °C, puis en ce qu'on refroidit la tôle décapée réchauffée à une vitesse comprise entre 5 et 20°C/s,

et en ce qu'on revêt de zinc la tôle obtenue dans un bain de zinc adapté.

12. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminée à chaud de limite d'élasticité supérieure à 690 MPa et inférieure ou égale à 840 MPa, de résistance comprise entre 780 et 950 MPa et d'allongement à rupture supérieur à 10%, caractérisé en ce qu'on approvisionne sous forme de métal liquide un acier dont la composition comprend, les teneurs étant exprimées en poids :

$$0,045\% \leq C \leq 0,065\%$$

$$1,6\% \leq Mn \leq 1,9\%$$

$$0,4\% \leq Si \leq 0,6\%$$

$$0,025\% \leq Nb \leq 0,045\%$$

$$0,01\% \leq Al \leq 0,1\%$$

$$0,002\% \leq N \leq 0,007\%$$

$$S \leq 0,004\%,$$

$$P < 0,020\%,$$

optionnellement

$$Cr \leq 0,6\%$$

$$Cu \leq 0,1\%$$

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

$$B \leq 0,003\%,$$

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

en ce qu'on effectue un traitement sous vide ou au SiCa, dans ce dernier cas, la composition comprend en outre, les teneurs étant exprimées en poids en teneur en poids  $0,0005\% \leq Ca \leq 0,005\%$ ,

en ce qu'on ajoute une quantité de titane selon la teneur en poids

$$0,095\% \leq Ti \leq 0,125\%$$

en ce que les quantités de titane [Ti] et d'azote [N] dissoutes dans le métal liquide satisfont à  $\%[Ti] \%[N] < 6.10^{-4} \%^2$ , en ce qu'on coule l'acier pour obtenir un demi-produit coulé,

5 en ce qu'on réchauffe éventuellement le dit demi-produit à une température comprise entre 1160 et 1300°C, puis

en ce qu'on lamine à chaud ledit demi-produit coulé avec une température de fin de laminage comprise entre 880 et 930 °C, le taux de réduction de l'avant dernière passe étant inférieur à 0,25, le taux de la dernière passe étant inférieur à 0,15, la somme des deux taux de réduction étant inférieure à 0,37, la température de début de laminage de  
10 l'avant dernière passe étant inférieure à 960 °C, de façon à obtenir un produit laminé à chaud, puis

en ce qu'on refroidit le dit produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 60 et 150 °C/s de façon à obtenir une tôle d'acier laminé à chaud, puis

15 en ce qu'on maintient optionnellement ladite tôle pendant une période de 2 à 10 secondes à une température comprise entre 640 et 700 °C, puis

en ce qu'on refroidit la tôle à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s,

et en ce qu'on bobine la dite tôle obtenue à une température comprise entre 400 et 500°C.

20 13. Procédé de fabrication d'une tôle laminée à chaud selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'on maintient la tôle pendant une période de 2 à 10 secondes à une température comprise entre 640 et 700 °C après avoir refroidi le produit laminé à chaud à une vitesse comprise entre 60 et 150 °C/s, et avant d'avoir refroidi la tôle à une vitesse comprise entre 50 et 150 °C/s.

1/1

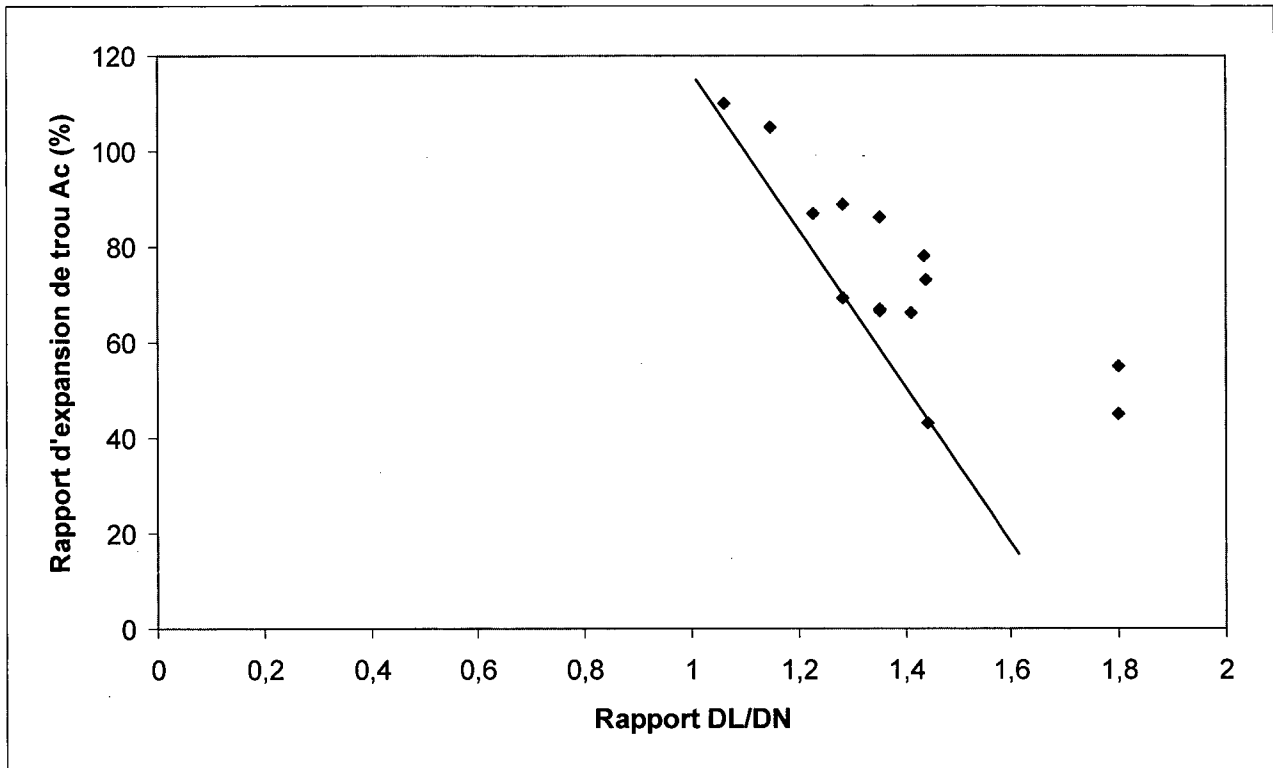


Figure 1

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/FR2011/000173

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 INV. C21D8/04 C22C38/02 C22C38/04 C22C38/12 C22C38/14  
 C23C2/06  
 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)  
 C21D C22C 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 practical, 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.
X	EP 1 319 725 A2 (THYSSENKRUPP STAHL AG [DE]) 18 June 2003 (2003-06-18) paragraph [0001] paragraphs [0024] - [0030]; tables 1-2 claim 1 paragraph [0010]	1-13
X	US 6 364 968 B1 (YASUHARA EIKO [JP] ET AL) 2 April 2002 (2002-04-02) abstract claim 7 tables 1,5 column 1, lines 9-15 column 7, lines 34-47 column 8, lines 24-43 column 9, lines 7-12	1-8
	----- -/--	

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 document 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  12 December 2011	Date of mailing of the international search report  22/12/2011
---	--

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  Ugarte, Eva
--	---------------------------------------

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2011/000173

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2002/162613 A1 (KASHIMA TAKAHIRO [JP] ET AL) 7 November 2002 (2002-11-07) paragraph [0026] paragraph [0001] paragraphs [0014] - [0015] paragraph [0042]; tables 1-3 claims 1,8  -----	1-11

**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1.  Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
  
2.  Claims Nos.:  
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
  
3.  Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

See annex

1.  As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2.  As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3.  As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
  
4.  No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest**

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2011/000173

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
EP 1319725	A2	18-06-2003	AT 280248 T	15-11-2004
			DE 10161465 C1	13-02-2003
			EP 1319725 A2	18-06-2003
			ES 2231638 T3	16-05-2005
-----				
US 6364968	B1	02-04-2002	CA 2310951 A1	07-12-2001
			US 6364968 B1	02-04-2002
-----				
US 2002162613	A1	07-11-2002	JP 3417878 B2	16-06-2003
			JP 2001020039 A	23-01-2001
			US 2002162613 A1	07-11-2002
-----				

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

**Box No. IV** Text of the abstract (Continuation of item 5 of the first sheet)

Empty box for the text of the abstract.

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000173

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C21D8/04 C22C38/02 C22C38/04 C22C38/12 C22C38/14 C23C2/06 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) C21D C22C 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		
X	EP 1 319 725 A2 (THYSSENKRUPP STAHL AG [DE]) 18 juin 2003 (2003-06-18) alinéa [0001] alinéas [0024] - [0030]; tableaux 1-2 revendication 1 alinéa [0010]	1-13		
X	----- US 6 364 968 B1 (YASUHARA EIKO [JP] ET AL) 2 avril 2002 (2002-04-02) abrégé revendication 7 tableaux 1,5 colonne 1, ligne 9-15 colonne 7, ligne 34-47 colonne 8, ligne 24-43 colonne 9, ligne 7-12 ----- -/--	1-8		
<table border="0" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> <input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents                 </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top;"> <input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe                 </td> </tr> </table>			<input checked="" 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
<input checked="" 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  12 décembre 2011	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  22/12/2011			
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  Ugarte, Eva			

**Cadre n° II Observations - lorsqu'il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (suite du point 2 de la première feuille)**

Le rapport de recherche internationale n'a pas été établi en ce qui concerne certaines revendications conformément à l'article 17.2)a) pour les raisons suivantes :

1.  Les revendications n<sup>os</sup> se rapportent à un objet à l'égard duquel l'administration chargée de la recherche internationale n'est pas tenue de procéder à la recherche, à savoir :
  
2.  Les revendications n<sup>os</sup> parce qu'elles se rapportent à des parties de la demande internationale qui ne remplissent pas suffisamment les conditions prescrites pour qu'une recherche significative puisse être effectuée, en particulier :
  
3.  Les revendications n<sup>os</sup> parce qu'elles sont des revendications dépendantes et ne sont pas rédigées conformément aux dispositions de la deuxième et de la troisième phrases de la règle 6.4.a).

**Cadre n° III Observations - lorsqu'il y a absence d'unité de l'invention (suite du point 3 de la première feuille)**

L'administration chargée de la recherche internationale a trouvé plusieurs inventions dans la demande internationale, à savoir:

voir feuille supplémentaire

1.  Comme toutes les taxes additionnelles exigées ont été payées dans les délais par le déposant, le présent rapport de recherche internationale porte sur toutes les revendications pouvant faire l'objet d'une recherche.
  
2.  Comme toutes les revendications qui se prêtent à la recherche ont pu faire l'objet de cette recherche sans effort particulier justifiant des taxes additionnelles, l'administration chargée de la recherche internationale n'a sollicité le paiement d'aucunes taxes de cette nature.
  
3.  Comme une partie seulement des taxes additionnelles demandées a été payée dans les délais par le déposant, le présent rapport de recherche internationale ne porte que sur les revendications pour lesquelles les taxes ont été payées, à savoir les revendications n<sup>os</sup>.
  
4.  Aucune taxes additionnelles demandées n'ont été payées dans les délais par le déposant. En conséquence, le présent rapport de recherche internationale ne porte que sur l'invention mentionnée en premier lieu dans les revendications; elle est couverte par les revendications n<sup>os</sup>.

- Remarque quant à la réserve**
- Les taxes additionnelles étaient accompagnées d'une réserve de la part du déposant et, le cas échéant, du paiement de la taxe de réserve.
  - Les taxes additionnelles étaient accompagnées d'une réserve de la part du déposant mais la taxe de réserve n'a pas été payée dans le délai prescrit dans l'invitation.
  - Le paiement des taxes additionnelles n'était assorti d'aucune réserve.

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000173

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 2002/162613 A1 (KASHIMA TAKAHIRO [JP]            ET AL) 7 novembre 2002 (2002-11-07)            alinéa [0026]            alinéa [0001]            alinéas [0014] - [0015]            alinéa [0042]; tableaux 1-3            revendications 1,8            -----</p>	1-11

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2011/000173

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
EP 1319725	A2	18-06-2003	AT	280248 T	15-11-2004
			DE	10161465 C1	13-02-2003
			EP	1319725 A2	18-06-2003
			ES	2231638 T3	16-05-2005
-----					
US 6364968	B1	02-04-2002	CA	2310951 A1	07-12-2001
			US	6364968 B1	02-04-2002
-----					
US 2002162613	A1	07-11-2002	JP	3417878 B2	16-06-2003
			JP	2001020039 A	23-01-2001
			US	2002162613 A1	07-11-2002
-----					

**SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDIQUES SUR PCT/ISA/ 210**

L'administration chargée de la recherche internationale a trouvé plusieurs (groupes d') inventions dans la demande internationale, à savoir:

1. revendications: 4, 9-11(complètement); 1-3, 6-8(en partie)

Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminé à chaud et contenant 0.1-0.3%Si. Le procédé incluent un refroidissement simple à 50-150°C/s et un bobinage à 515-625°C. La tôle obtenue ayant, entre autres, une aptitude à l'expansion de trou supérieure à 50% et étant apte à la galvanisation.

---

2. revendications: 5, 12, 13(complètement); 1-3, 6-8(en partie)

Procédé de fabrication d'une tôle d'acier laminé a chaud et contenant 0.4-0.6%Si. Le procédé incluant un refroidissement en 2 étapes (60-150°C/s, maintien de 2-10s à 640-700°C, refroidissement 50-150°C/s) et un bobinage à 400-500°C. Le produit obtenu ayant, entre autres, une aptitude à l'expansion du trou supérieure à 65% et n'étant pas apte à la galvanisation.

---