

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 49449 B1**
- (43) Date de publication : **29.10.2021**
- (51) Cl. internationale :
**B23K 11/11; C23C 2/40;
C21D 1/22; C21D 1/76;
C21D 6/00; C21D 9/46;
C22C 38/02; C22C 38/04;
C22C 38/06; C22C 38/18;
C22C 38/20; C22C 38/24;
C22C 38/28; C22C 38/32;
C22C 38/34; C22C 38/38;
C23C 2/02; C23C 2/06;
C23C 2/26; C21D 1/20**
-
- (21) N° Dépôt : **49449**
- (22) Date de Dépôt : **13.06.2018**
- (30) Données de Priorité :
20.06.2017 WO PCT/IB2017/000753
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/IB2018/054306 13.06.2018
- (71) Demandeur(s) :
ArcelorMittal, 24-26 Boulevard d'Avranches 1160 Luxembourg (LU)
- (72) Inventeur(s) :
**PIPARD, Jean-Marc ; PANAH, Damon ; CHAKRABORTY, Anirban ; GHASSEMI-
ARMAKI, Hassan ; GIRINA, Olga ; CHALLA VENKATASURYA,
Pavan ; BENLATRECHE, Yacine ; CREMEL, Sebastien**
- (74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)
- (86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation: **EP18735715.7**
-
- (54) Titre : **TÔLE D'ACIER REVÊTUE DE ZINC PRÉSENTANT UNE SOUDABILITÉ PAR
POINTS DE HAUTE RÉSISTANCE**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de production d'une tôle d'acier revêtue de zinc ou d'un alliage de zinc présentant une résistance à la traction supérieure à 900 MPa, pour la fabrication de soudures par points de résistance contenant en moyenne pas plus de deux fissures de fragilisation par métal liquide par soudure ayant une profondeur de 100 µm ou plus, comprenant les étapes successives de fourniture d'une tôle d'acier laminée à froid, dont la composition nominale contient, en pourcentage en poids : 0,07 % = C = 0,5 %, 0,3

% = Mn = 5 %, 0,010 % = Al = 1 %, 0,010 % = Si = 2,45 %, avec 0,35 % = (Si+Al) = 2,5 %, 0,001 % = Cr = 1,0 %, 0,001 % = Mo = 0,5 %, et éventuellement, 0,005 % = Nb = 0,1 %, 0,005 % = V = 0,2 %, 0,005 % = Ti = 0,1 %, 0,0001 % = B = 0,004 %, 0,001 % = Cu = 0,5 %, 0,001 % = Ni = 1,0 %, le restant étant constitué de fer et d'impuretés inévitables provenant de la fusion, en teneurs telles que S<0,003 %, P<0,02 %, N<0,008 %, de chauffage de la tôle d'acier laminée à froid jusqu'à une température T1 comprise entre 550°C et Ac1+50°C dans une zone du four ayant une atmosphère (A1) contenant de 2 à 15 % d'hydrogène en volume, le reste étant constitué d'azote et d'impuretés inévitables, de sorte que le fer ne soit pas oxydé, puis d'addition à l'atmosphère du four d'au moins un élément choisi parmi la vapeur d'eau ou l'oxygène à un débit d'injection Q supérieur à (0,07%/h x a), a étant égal à 1 si ledit élément est la vapeur d'eau ou égal à 0,52 si ledit élément est l'oxygène, à une température T=T1, de manière à obtenir une atmosphère (A2) ayant un point de rosée DP2 compris entre -15°C et la température Te du point de rosée d'équilibre fer/oxyde de fer, puis de chauffage de la tôle à partir de la température T1 jusqu'à une température T2 comprise entre 720°C et 1000°C dans une zone du four sous atmosphère (A2) d'azote contenant de 2 à 15 % d'hydrogène et plus de 0,1 % de CO en volume, avec une pression partielle d'oxygène supérieure à 10-21 atm., la durée tD de chauffage de la tôle à partir de la température T1 jusqu'à la fin de l'immersion à la température T2 étant comprise entre 100 et 500 s., d'immersion de la tôle à T2, puis de refroidissement de la tôle à une vitesse comprise entre 10 et 400 °C/s, puis de revêtement de la tôle avec un revêtement de zinc ou d'alliage de zinc.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de production d'une tôle en acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc
5 ayant une résistance à la traction supérieure à 900 MPa, pour la fabrication de soudures
par points par résistance ne contenant en moyenne pas plus de deux fissures de
fragilisation par métal liquide par soudure ayant une profondeur de 100 µm ou plus,
comprenant les étapes successives consistant à :

10 - fournir une tôle en acier laminée à froid, dont la composition nominale contient, en
pour cent en poids :

$$0,07 \% \leq C \leq 0,5 \%$$

$$0,3 \% \leq Mn \leq 5 \%$$

$$0,010 \% \leq Al \leq 1 \%$$

$$0,010 \% \leq Si \leq 2,45 \%$$

15 avec $0,35 \% \leq (Si+Al) \leq 2,5 \%$,

$$0,001 \% \leq Cr \leq 1,0 \%$$

$$0,001 \% \leq Mo \leq 0,5 \%$$

et éventuellement

$$0,005 \% \leq Nb \leq 0,1 \%$$

20 $0,005 \% \leq V \leq 0,2 \%$

$$0,005 \% \leq Ti \leq 0,1 \%$$

$$0,0001 \% \leq B \leq 0,004 \%$$

$$0,001 \% \leq Cu \leq 0,5 \%$$

$$0,001 \% \leq Ni \leq 1,0 \%$$

25 le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables issues de la fusion, dans des
teneurs telles que :

$$S < 0,003 \%$$

$$P < 0,02 \%$$

$$N < 0,008 \%$$

30 - chauffer ladite tôle en acier laminée à froid jusqu'à une température T1 comprise
entre 550 °C et Ac1+50 °C dans une zone de four ayant une atmosphère A1 contenant 2
à 15 % d'hydrogène en volume, le reste étant constitué d'azote et d'impuretés inévitables,
de sorte que le fer ne soit pas oxydé, puis

- ajouter à l'atmosphère du four, d'au moins un élément choisi parmi de la vapeur d'eau ou de l'oxygène avec un débit d'injection Q supérieur à $0,07 \text{ %/h} \times \alpha$, α étant égal à 1 si ledit élément est la vapeur d'eau ou égal à 0,52 si ledit élément est l'oxygène, à une température $T \geq T_1$, de façon à obtenir une atmosphère A2 ayant un point de rosée DP2
5 compris entre -15 °C et la température T_e du point de rosée d'équilibre fer/oxyde de fer, dans lequel le débit d'injection Q est le volume injecté de vapeur d'eau ou d'oxygène par heure divisé par le volume du four entre l'emplacement d'injection de vapeur d'eau ou d'oxygène, et la fin de la section de four chauffée à la température de maintien en température T_2 ,
- 10 - chauffer la tôle de ladite température T_1 jusqu'à une température T_2 comprise entre 720 °C et $1\,000 \text{ °C}$ dans une zone de four sous une atmosphère A2 d'azote contenant 2 à 15 % d'hydrogène, plus de 0,1 % de CO en volume, ayant une pression partielle d'oxygène supérieure à 10^{-21} atm , dans lequel la durée t_D dudit chauffage de la tôle de la température T_1 jusqu'à la fin du maintien en température à la température T_2 est comprise
15 entre 100 et 500 s,
 - maintenir en température la tôle à T_2 , puis
 - refroidir la tôle à une vitesse comprise entre 10 et 400 °C/s , puis
 - revêtir la tôle avec un revêtement de zinc ou d'alliage de zinc.
- 20 2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le point de rosée DP2 est compris entre -10 et $+20 \text{ °C}$.
- 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans lequel ladite atmosphère A2 contient plus de 0,2 % de CO en volume.
25
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel ladite température T_2 est comprise entre 750 et 900 °C , et dans lequel l'atmosphère A3 contient entre 3 à 5 % en volume de H_2 .
- 30 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel après ledit maintien en température, la tôle en acier est refroidie jusqu'à une température T_3 comprise entre M_s et $M_s + 150 \text{ °C}$, et maintenue à T_3 pendant au moins 40 s, de façon à obtenir une tôle en acier bainitique sans carbure.
- 35 6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel ladite température T_3 est comprise entre $M_s + 10 \text{ °C}$ et $M_s + 150 \text{ °C}$.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel après ledit refroidissement, la tôle en acier est refroidie jusqu'à une température QT entre Ms-5 °C et Ms-170 °C, éventuellement maintenue à QT pendant une durée comprise entre 2 et 8 s, puis réchauffée jusqu'à une température T4 entre 350 et 550 °C, de préférence entre 350 et 490 °C, de façon à obtenir de la martensite divisée.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel la microstructure d'acier contient de l'austénite retenue dans une quantité non supérieure à 20 %.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel ledit revêtement est réalisé par immersion à chaud.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel ledit revêtement est réalisé par placage électrolytique.
11. Tôle en acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc ayant une résistance à la traction supérieure à 900 MPa, pour la fabrication de soudures par points par résistance ne contenant en moyenne pas plus de deux fissures de fragilisation par métal liquide ayant une profondeur de 100 µm ou plus par soudure, comprenant un substrat en acier dont la composition nominale contient, en pour cent en poids :
- $0,07 \% \leq C \leq 0,5 \%$
 $0,3 \% \leq Mn \leq 5 \%$
 $0,010 \% \leq Al \leq 1 \%$
 $0,010 \% \leq Si \leq 2,45 \%$
avec $0,35 \% \leq (Si+Al) \leq 2,5 \%$,
 $0,001 \% \leq Cr \leq 1,0 \%$
 $0,001 \% \leq Mo \leq 0,5 \%$
et éventuellement
 $0,005 \% \leq Nb \leq 0,1 \%$
 $0,005 \% \leq V \leq 0,2 \%$
 $0,005 \% \leq Ti \leq 0,1 \%$
 $0,0001 \% \leq B \leq 0,004 \%$
 $0,001 \% \leq Cu \leq 0,5 \%$
 $0,001 \% \leq Ni \leq 1,0 \%$,

le reste étant constitué de fer et d'impuretés inévitables issues de la fusion, dans des teneurs telles que :

$$S < 0,003 \%$$

$$P < 0,02 \%$$

5 $N < 0,008 \%$,

et une zone D_{100} immédiatement comprise entre 0 et 100 micromètres sous ledit revêtement de zinc ou d'alliage de zinc, dans laquelle la teneur moyenne en carbone $C_{av(100)}$ satisfait dans ladite zone D_{100} :

$$C_{av(100)}/C_{nom} < 0,6,$$

10 $C_{av(100)}$ étant la teneur moyenne en C dans ladite zone D_{100} , C_{nom} étant la teneur en C nominale de l'acier, et :

$$C_{av(100)} + (Si_{av(100)})/32 < 0,21 \%$$

$C_{av(100)}$ et $Si_{av(100)}$ étant respectivement les teneurs moyennes en C et Si dans ladite zone D_{100} , exprimées en % en poids.

15

12. Tôle en acier selon la revendication 11 dans laquelle :

$$C_{av(100)} + (Si_{av(100)}/32) + (Mn_{av(100)}/14) < 0,30 \%$$

$C_{av(100)}$, $Si_{av(100)}$ et $Mn_{av(100)}$ étant respectivement les teneurs moyennes en C, Si et Mn dans ladite zone D_{100} , exprimées en % en poids.

20

13. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 11 ou 12, dans laquelle :

$$C_{av(100)} + (Si_{av(100)}/32) + (Mn_{av(100)}/14) - (Al_{av(100)}/48) + (Cr_{av(100)}/11) < 0,34 \%$$

$C_{av(100)}$, $Si_{av(100)}$, $Mn_{av(100)}$, $Al_{av(100)}$, $Cr_{av(100)}$ étant respectivement les teneurs moyennes en C, Si, Mn, Al, Cr dans ladite zone D_{100} , exprimées en % en poids.

25

14. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, dans laquelle la teneur en Mn n'est pas constante dans ladite zone D_{100} et dans laquelle :

$$d_{Mnmin} > 1 \mu m,$$

d_{Mnmin} étant la profondeur dans D_{100} à laquelle la teneur en Mn est égale à la valeur

30 minimale Mn_{min} dans ladite zone et :

$$d_{Mnmin} / (Mn_{min} / Mn_{nom}) > 8,$$

Mn_{nom} étant la teneur en Mn nominale de l'acier.

15. Tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 11 à 14 dans laquelle la
35 teneur en Si n'est pas constante dans ladite zone D_{100} et dans laquelle :

$$D_{Simin} > 1 \mu m,$$

$D_{Si_{min}}$ étant la profondeur dans D_{100} à laquelle la teneur en Si est égale à la valeur minimale Si_{min} dans ladite zone et :

$$D_{Si_{min}} / (Si_{min} / Si_{nom}) > 4,$$

Si_{nom} étant la teneur en Si nominale de l'acier.

5

16. Procédé pour la fabrication d'une soudure par points par résistance ne contenant pas plus de deux fissures de fragilisation par métal liquide par soudure ayant une profondeur de 100 μ m ou plus, comprenant les étapes successives suivantes consistant à :

- 10 - fournir au moins deux tôles en acier revêtues de zinc ou d'alliage de zinc selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, dont l'épaisseur est comprise entre 0,5 et 2,5 mm, puis
- superposer en partie au moins lesdites tôles en acier revêtue de zinc ou d'alliage de zinc, puis
- 15 - appliquer une force comprise entre 350 et 500 daN au moyen d'électrodes placées perpendiculairement et sur les côtés externes des tôles superposées, puis
- souder les tôles en acier avec une intensité I comprise entre I_{min} et $1,10 I_{max}$, I_{min} étant l'intensité minimale au-dessus de laquelle une défaillance par arrachement est observée lorsque la soudure par points par résistance est soumise à un essai de
- 20 traction avec cisaillement, I_{max} étant l'intensité à laquelle l'expulsion de métal liquide commence à être observée dans le soudage par points par résistance.

17. Utilisation d'une tôle en acier selon l'une quelconque des revendications 11 à 15 pour la fabrication de pièces structurelles de véhicules automobiles.