

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 814 002**

51 Int. Cl.:

<b>C22C 38/00</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/18</b>	(2006.01)
<b>C21D 6/00</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/22</b>	(2006.01)
<b>C21D 8/12</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/24</b>	(2006.01)
<b>C21D 9/46</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/28</b>	(2006.01)
<b>C22C 38/02</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/32</b>	(2006.01)
<b>C22C 38/04</b>	(2006.01)	<b>C22C 38/58</b>	(2006.01)
<b>C22C 38/06</b>	(2006.01)	<b>C21D 8/02</b>	(2006.01)
<b>C22C 38/08</b>	(2006.01)		
<b>C22C 38/12</b>	(2006.01)		
<b>C22C 38/16</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.05.2017 PCT/IB2017/000628**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **30.11.2017 WO17203350**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.05.2017 E 17728650 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 3464666**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica**

30 Prioridad:  
**24.05.2016 WO PCT/IB2016/000698**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**25.03.2021**

73 Titular/es:  
**ARCELORMITTAL (100.0%)  
24-26 Boulevard d'Avranches  
1160 Luxembourg, LU**

72 Inventor/es:  
**HELL, JEAN-CHRISTOPHE;  
CHARBONNIER, NICOLAS;  
IUNG, THIERRY y  
REMY, BLANDINE**

74 Agente/Representante:  
**SALVÀ FERRER, Joan**

ES 2 814 002 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica

5 **[0001]** La presente invención se refiere también a un procedimiento para producir una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica. La invención es particularmente adecuada para la fabricación de vehículos automotores.

10 **[0002]** Con el fin de ahorrar peso de los vehículos, se sabe que utiliza aceros de alta resistencia para la fabricación de vehículos automotores. Por ejemplo, para la fabricación de piezas estructurales, deben mejorarse las propiedades mecánicas de dichos aceros. Sin embargo, incluso si se mejora la resistencia del acero, el alargamiento y, por lo tanto, la formabilidad de los aceros altos disminuirían. Para superar estos problemas, han aparecido láminas de acero recuperadas, en particular, aceros de plasticidad inducida por hermanamiento (aceros TWIP) con buena formabilidad. Incluso si el producto muestra una muy buena formabilidad, las propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción máxima y el límite elástico pueden no ser lo suficientemente altas como para cumplir con la aplicación automotriz.

15 **[0003]** Para mejorar la resistencia de estos aceros manteniendo al mismo tiempo una buena viabilidad, se sabe que induce una alta densidad de gemelos por laminación en frío seguido de un tratamiento de recuperación que elimina las dislocaciones, pero mantiene a los gemelos.

20 **[0004]** Sin embargo, al aplicar dichos procedimientos, existe el riesgo de que no se obtengan las propiedades mecánicas esperadas. De hecho, el experto en la materia solo puede seguir los procedimientos conocidos y a continuación medir las propiedades mecánicas de la lámina de acero obtenida para ver si se logran las propiedades mecánicas deseadas. No es posible adaptar las condiciones del procedimiento para obtener las propiedades mecánicas esperadas.

25 **[0005]** La bibliografía de patentes US 2015/078954 A1 describe un procedimiento para fabricar una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica, sin embargo, no describe una etapa de calibración y cálculo.

30 **[0006]** La bibliografía no relacionada con patentes "Prediction of Mechanical Properties of Carbon Steels After Hot and Cold Forming by Means of Fast Microstructure Analysis", RIMEK D Y COL, THE INSTITUTION OF ELECTRICAL ENGINEERS, STEVENAGE, GB; septiembre de 2014 (09-2014) describe un procedimiento para predecir las propiedades mecánicas de los aceros al carbono en relación con el análisis microestructural basado en la difracción de rayos X (XRD).

35 **[0007]** Por lo tanto, el objeto de la invención es resolver los inconvenientes anteriores proporcionando un procedimiento para fabricar una lámina de acero recuperada que presente al menos una propiedad mecánica esperada, mejorándose dicha propiedad mecánica. Otro objeto es proporcionar una lámina de acero recuperada que tiene dichas propiedades mecánicas mejoradas.

40 **[0008]** Este objeto se logra proporcionando un procedimiento para la fabricación de una lámina de acero TWIP según la reivindicación 1. El procedimiento también puede comprender las características de las reivindicaciones 2 a 20.

45 **[0009]** Otro objeto se logra proporcionando una lámina de acero TWIP según la reivindicación 21.

50 **[0010]** Otras características y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de la invención.

55 **[0011]** Se definirán los siguientes términos:

- M: propiedad mecánica,
- M<sub>diana</sub>: valor diana de la propiedad mecánica,
- 60 - M<sub>recristalización</sub>: propiedad mecánica después de un recocido de recristalización,
- M<sub>laminado en frío</sub>: propiedad mecánica después de un laminado en frío,
- UTS: resistencia a la tracción máxima,
- TE: alargamiento total,
- P: valor pareq,
- 65 - P<sub>diana</sub>: valor diana del pareq,
- FWHM: anchura completa a la mitad del máximo del espectro de difracción de rayos X y
- FWHM<sub>diana</sub>: valor diana de la anchura completa a la mitad del máximo del espectro de difracción de rayos X.

70 **[0012]** La invención se refiere a un procedimiento para fabricar una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica según la reivindicación 1.

**[0013]** Sin querer limitarse a ninguna teoría parece que cuando se aplica el procedimiento según la presente invención, permite obtener parámetros de procedimiento de la etapa de recocido E) para adquirir una lámina de acero recuperada, en particular una lámina de acero TWIP, que tiene las propiedades mecánicas mejoradas esperadas.

5

**[0014]** En cuanto a la composición química del acero, el C juega un papel muy importante en la formación de la microestructura y las propiedades mecánicas. Aumenta la energía de falla de apilamiento y promueve la estabilidad de la fase austenítica. Cuando se combina con un contenido de Mn que varía del 13,0 al 25,0 % en peso, esta estabilidad se logra para un contenido de carbono del 0,5 % o más. En caso de que haya carburos de vanadio, un alto contenido de Mn puede aumentar la solubilidad del carburo de vanadio (VC) en austenita. Sin embargo, para un contenido de C superior al 1,2 %, existe el riesgo de que la ductilidad disminuya debido, por ejemplo, a una precipitación excesiva de carburos de vanadio o carbonitruros. Preferentemente, el contenido de carbono está entre 0,4 y 1,2 %, más preferentemente entre 0,5 y 1,0 % en peso para obtener una resistencia suficiente.

10

**[0015]** El Mn es también un elemento esencial para aumentar la resistencia, para aumentar la energía de falla de apilamiento y para estabilizar la fase austenítica. Si su contenido es inferior al 13,0 %, existe el riesgo de que se formen fases martensíticas, lo que reduce en gran medida la deformabilidad. Además, cuando el contenido de manganeso es mayor que 25,0 %, se suprime la formación de gemelos y, en consecuencia, aunque la resistencia aumenta, la ductilidad a temperatura ambiente se degrada. Preferentemente, el contenido de manganeso está entre 15,0 y 24,0 % y más preferentemente entre 17,0 y 24,0 % para optimizar la energía de falla de apilamiento y evitar la formación de martensita bajo el efecto de una deformación. Además, cuando el contenido de Mn es mayor que 24,0 %, el modo de deformación por hermanamiento es menos favorecido que el modo de deformación por deslizamiento de dislocación perfecta.

20

**[0016]** El Al es un elemento particularmente efectivo para la desoxidación del acero. Al igual que el C, aumenta la energía de falla de apilamiento lo que reduce el riesgo de formar martensita de deformación, mejorando así la ductilidad y la resistencia retardada a la fractura. Sin embargo, el Al es un inconveniente si está presente en exceso en aceros que tienen un alto contenido de Mn, porque el Mn aumenta la solubilidad del nitrógeno en hierro líquido. Si una cantidad excesivamente grande de Al está presente en el acero, el N que se combina con el Al precipita en forma de nitruros de aluminio (AlN) que impiden la migración de los límites del grano durante la conversión en caliente y aumenta considerablemente el riesgo de aparición de grietas en la colada continua. Además, como se explicará más adelante, debe disponerse de una cantidad suficiente de N para formar precipitados finos, esencialmente de carbonitruros. Preferentemente, el contenido de Al es menor o igual al 2 %. Cuando el contenido de Al es mayor que 4,0 %, existe el riesgo de que la formación de gemelos se suprima disminuyendo la ductilidad. Preferentemente, la cantidad de Al es superior al 0,06 % y más preferentemente superior al 0,7 %.

25

30

35

**[0017]** En consecuencia, el contenido de nitrógeno debe ser del 0,1 % o menos para evitar la precipitación de AlN y la formación de defectos de volumen (sopladuras) durante la solidificación. Además, cuando los elementos son capaces de precipitar en forma de nitruros, tales como vanadio, niobio, titanio, cromo, molibdeno y boro, el contenido de nitrógeno no debe exceder del 0,1 %

40

**[0018]** Según la presente invención, la cantidad de V es menor o igual al 2,5 %, preferentemente entre 0,1 y 1,0 %. Preferentemente, las formas V precipitan. Preferentemente, la fracción volumétrica de dichos elementos en acero está entre 0,0001 y 0,025 %. Preferentemente, los elementos de vanadio se localizan principalmente en posición intragranular. Ventajosamente, los elementos de vanadio tienen un tamaño medio por debajo de 7 nm, preferentemente entre 1 y 5 nm y más preferentemente entre 0,2 y 4,0 nm

45

**[0019]** El silicio también es un elemento efectivo para desoxidar el acero y para el endurecimiento en fase sólida. Sin embargo, por encima de un contenido del 3 %, reduce el alargamiento y tiende a formar óxidos indeseables durante ciertos procedimientos de ensamblaje y, por lo tanto, debe mantenerse por debajo de este límite. Preferentemente, el contenido de silicio es menor o igual al 0,6 %.

50

**[0020]** El azufre y el fósforo son impurezas que fragilizan los límites del grano. Sus respectivos contenidos no deben exceder el 0,030 y el 0,080 % para mantener suficiente ductilidad en caliente.

55

**[0021]** Se puede añadir algo de boro, hasta 0,005 %, preferentemente hasta 0,001 %. Este elemento se segrega en los límites de grano y aumenta su cohesión. Sin pretender limitarse a una teoría, se cree que esto conduce a una reducción en las tensiones residuales después del moldeado mediante presión, y a una mejor resistencia a la corrosión bajo tensión de las piezas moldeadas de este modo. Este elemento se segrega en los límites de grano austeníticos y aumenta su cohesión. El boro precipita, por ejemplo, en forma de borocarburos y boronitridos.

60

**[0022]** El níquel se puede usar opcionalmente para aumentar la resistencia del acero mediante el endurecimiento de la disolución. Sin embargo, es deseable, entre otras por razones de coste, limitar el contenido de níquel a un contenido máximo del 1,0 % o menos y preferentemente entre por debajo del 0,3 %.

65

**[0023]** Del mismo modo, opcionalmente, una adición de cobre con un contenido que no excede del 5 % es un medio para endurecer el acero por precipitación de metal de cobre. Sin embargo, por encima de este contenido, el cobre es responsable de la aparición de defectos superficiales en láminas laminadas en caliente. Preferentemente, la cantidad de cobre es inferior al 2,0 %. Preferentemente, la cantidad de cobre es superior al 0,1 %.

5

**[0024]** El titanio y el niobio también son elementos que pueden utilizarse opcionalmente para lograr el endurecimiento y el fortalecimiento mediante la formación de precipitados. Sin embargo, cuando el contenido de Nb o Ti es mayor que 0,50 %, existe el riesgo de que una precipitación excesiva pueda causar una reducción de la dureza, que debe evitarse. Preferentemente, la cantidad de Ti está entre 0,040 y 0,50 % en peso o entre 0,030 % y 0,130 % en peso. Preferentemente, el contenido de titanio está entre 0,060 % y 0,40, y por ejemplo, entre 0,060 % y 0,110 % en peso. Preferentemente, la cantidad de Nb es superior al 0,01 % y más preferentemente entre 0,070 y 0,50 % en peso o 0,040 y 0,220 %. Preferentemente, el contenido de niobio está entre 0,090 % y 0,40 %, y ventajosamente entre 0,090 % y 0,200 % en peso.

10

**[0025]** El cromo y el molibdeno se pueden usar como elemento opcional para aumentar la resistencia del acero mediante el endurecimiento de la solución. Sin embargo, dado que el cromo reduce la energía de falla de apilamiento, su contenido no debe exceder el 1,0 % y preferentemente entre 0,070 % y 0,6 %. Preferentemente, el contenido de cromo está entre 0,20 y 0,5 %. El molibdeno se puede añadir en una cantidad de 0,40 % o menos, preferentemente en una cantidad entre 0,14 y 0,40 %.

20

**[0026]** Además, sin querer limitarse a ninguna teoría, parece que los precipitados de vanadio, titanio, niobio, cromo y molibdeno pueden reducir la sensibilidad al agrietamiento retardado, y hacerlo sin degradar las propiedades de ductilidad y dureza. Por lo tanto, preferentemente, al menos un elemento elegido de titanio, niobio, cromo y molibdeno en forma de carburos, nitruros y carbonitruros están presentes en el acero.

25

**[0027]** Según la presente invención, el procedimiento comprende una etapa de calibración A.I) donde se preparan al menos 2 muestras de la lámina de acero que han sido sometidas a tratamientos térmicos entre 400 y 900 °C durante 40 segundos a 60 minutos, correspondientes a los valores de Pareq P. En esta etapa, el parámetro denominado Pareq se determina para poder comparar diferentes tratamientos térmicos realizados a diferentes temperaturas para diferentes tiempos, se define por:

30

$$\text{Pareq} = -0,67 \cdot \log \left( \int -\Delta H / RT \right) \cdot dt$$

Con  $\Delta H$ : energía de difusión del hierro en hierro (igual a 300 kJ/mol), T = temperatura del ciclo, siendo la integración sobre el tiempo de tratamiento térmico. Cuanto más caliente o más largo sea el tratamiento térmico, menor será el valor de Pareq. Dos tratamientos térmicos diferentes que tengan un valor Pareq idéntico darán el mismo resultado en el mismo grado de acero. Preferentemente, el valor de Pareq es superior a 14,2, más preferentemente entre 14,2 y 25 y más preferentemente entre 14,2 y 18.

35

**[0028]** A continuación, durante la etapa A.II), las muestras se someten a difracción de rayos X para obtener espectros que incluyen un pico principal cuya anchura completa a la mitad del máximo FWHM se está midiendo. La difracción de rayos X es una técnica analítica no destructiva que proporciona información detallada sobre la red interna de las sustancias cristalinas, incluyendo las dimensiones de las células unitarias, longitudes de unión, ángulos de unión y detalles del orden del sitio. Directamente relacionado es el refinamiento de un solo cristal, donde los datos generados a partir del análisis de rayos X se interpretan y refinan para obtener la estructura de cristal. Por lo general, una cristalografía de rayos X es la herramienta utilizada para identificar dicha estructura cristalina. Según la presente invención, la lámina de acero tiene una matriz austenítica, teniendo la matriz austenítica un sistema cúbico centrado en la cara. Por lo tanto, preferentemente, el pico principal cuya anchura completa a la mitad del máximo FWHM se mide corresponde al índice Miller [311]. De hecho, se cree que este pico, que es característico del sistema austenítico, es el mejor representante del impacto de la densidad de dislocación.

40

45

50

**[0029]** A continuación, durante la etapa A.III), se mide la M de dichas muestras. Preferentemente, M es la resistencia a la tracción máxima (UTS), el alargamiento total (TE) o ambos (UTS\*TE).

55

**[0030]** Después de medir el estado de recuperación o recristalización de cada muestra durante la etapa A.IV). Preferentemente, dichos estados se miden con el microscopio electrónico de barrido (SEM) y EBSD (difracción retrodispersada de electrones) o el microscopio electrónico de transmisión (TEM).

60

**[0031]** A continuación, durante la etapa A.V), se dibuja una curva de M en función de FWHM en el dominio donde las muestras se recuperan de 0 a 100 %, pero no se recristalizan.

**[0032]** Según la presente invención, se realiza una etapa de cálculo B). El cálculo comprende una etapa B.I) donde se determina el valor de  $\text{FWHM}_{\text{diana}}$  correspondiente a la  $M_{\text{diana}}$ . Preferentemente,  $\text{FWHM}_{\text{diana}}$  es superior a 1,0° y ventajosamente entre 1,0 y 1,5°.

**[0033]** En una realización preferida de la invención donde M es UTS, la determinación de FWHM se logra con la siguiente ecuación:

$$UTS_{diana} = UTS_{laminado\ en\ frío} - (UTS_{laminado\ en\ frío} - UTS_{recristalización}) * (\exp((-FWHM+2,3)/2,3)-1)^4$$

5

En este caso, preferentemente, la  $UTS_{diana}$  es superior o igual a 1430 MPa y más preferentemente entre 1430 y 2000 MPa.

10 **[0034]** En otra realización preferida de la invención donde M es TE, la determinación de FWHM durante la etapa de cálculo B.I) se logra con la siguiente ecuación:

$$TE_{diana} = TE_{laminado\ en\ frío} - (TE_{recristalización} - UTS_{laminado\ en\ frío}) * (\exp((-FWHM+2,3)/2,3)-1)^{2,5}$$

15 En este caso, preferentemente,  $TE_{diana}$  es superior o igual al 15 % y más preferentemente entre 15 y 30 %.

**[0035]** En otra realización preferida de la invención, donde M es  $UTS * TE$ , la determinación de FWHM durante la etapa de cálculo B.I) se logra con la siguiente ecuación:

$$20 \quad UTS_{diana} * TE_{diana} = 100000 * (1 - 0,5 FWHM)$$

En este caso, preferentemente,  $UTS_{diana} * TE_{diana}$  es superior a 21000 y más preferentemente entre 21000 y 60000, siendo  $TE_{diana}$  máximo del 30 %.

25 **[0036]** A continuación, se realiza la etapa B.II), donde se determina el valor pareo  $P_{diana}$  del tratamiento térmico a realizar para alcanzar dicha  $M_{diana}$ . Preferentemente,  $P_{diana}$  es superior a 14,2, más preferentemente entre 14,2 y 25 y más preferentemente, entre 14,2 y 18.

**[0037]** Después, se realiza la etapa B.III), que consiste en seleccionar un tiempo  $t_{diana}$  y una temperatura  $T^{\circ}_{diana}$  correspondiente al valor  $P_{diana}$ . Preferentemente,  $T^{\circ}_{diana}$  está entre 400 y 900 °C y el  $t_{diana}$  está entre 40 segundos y 60 minutos.

35 **[0038]** A continuación, el procedimiento según la presente invención comprende una etapa de alimentación de una lámina de acero recristalizada que tiene una  $M_{recristalización}$ . De hecho, preferentemente, la lámina de acero se recristaliza después de un recocido de recristalización realizado a una temperatura entre 700 y 900 °C. Por ejemplo, la recristalización se realiza durante 10 a 500 segundos, preferentemente entre 60 y 180 segundos.

**[0039]** En una realización preferida de la invención, cuando M es UTS,  $UTS_{recristalización}$  es superior a 800 MPa, preferentemente entre 800 y 1400 MPa y más preferentemente entre 1000 y 1400 MPa.

40

**[0040]** En otra realización preferida de la invención, cuando M es TE,  $TE_{recristalización}$  es superior al 20 %, preferentemente superior al 30 % y más preferentemente entre 30 y 70 %.

**[0041]** En otra realización preferida de la invención, cuando M es  $TE * UTS$ ,  $TE_{recristalización} * UTS_{recristalización}$  es superior a 16000, más preferentemente superior a 24000 y ventajosamente entre 24000 y 98000.

45

**[0042]** A continuación, se realiza una etapa de laminación en frío D) para obtener una lámina de acero que tiene una  $M_{laminado\ en\ frío}$ . Preferentemente, la tasa de reducción está entre 1 y 50 %, preferentemente entre 1 y 25 % o entre 26 y 50 %. Permite la reducción del espesor del acero. Además, la lámina de acero fabricada según el procedimiento mencionado anteriormente, puede tener mayor resistencia a través del endurecimiento por deformación al someterse a esta etapa de laminación. Adicionalmente, esta etapa induce una alta densidad de gemelos mejorando así las propiedades mecánicas de la lámina de acero.

**[0043]** En una realización preferida de la invención, cuando M es UTS,  $UTS_{laminado\ en\ frío}$  es superior a 1000, preferentemente superior a 1200 MPa y ventajosamente superior a 1400 MPa.

50

**[0044]** En otra realización preferida de la invención, cuando M es TE,  $TE_{laminado\ en\ frío}$  es superior al 2 %, más preferentemente entre 2 y 50 %.

**[0045]** En otra realización preferida de la invención, cuando M es TE\*UTS,  $TE_{\text{laminado en frío}}^*UTS_{\text{laminado en frío}}$  es superior a 2000, preferentemente 2400 y más preferentemente entre 2400 y 70000.

5 **[0046]** A continuación, se realiza una etapa de recocido E) a una temperatura  $T^{\circ}_{\text{diana}}$  durante un tiempo  $t_{\text{diana}}$ .

**[0047]** Después del segundo laminado en frío, se puede realizar una etapa de recubrimiento por inmersión en caliente G). Preferentemente, la etapa G) se realiza con un baño a base de aluminio o un baño a base de zinc.

10 **[0048]** En una realización preferida de la invención, la etapa de galvanización por inmersión en caliente se realiza con un baño a base de aluminio que comprende menos del 15 % de Si, menos del 5,0 % de Fe, opcionalmente del 0,1 al 8,0 % de Mg y opcionalmente del 0,1 al 30,0 % de Zn, siendo el resto Al.

15 **[0049]** En otra realización preferida de la invención, la etapa de galvanización por inmersión en caliente se realiza con un baño a base de zinc comprende 0,01-8,0 % de Al, opcionalmente 0,2-8,0 % de Mg, siendo el resto Zn.

20 **[0050]** El baño fundido también puede comprender impurezas y elementos residuales inevitables de los lingotes de alimentación o del paso de la lámina de acero en el baño fundido. Por ejemplo, las impurezas opcionales se eligen entre Sr, Sb, Pb, Ti, Ca, Mn, Sn, La, Ce, Cr, Zr o Bi, siendo el contenido en peso de cada elemento adicional inferior al 0,3 % en peso. Los elementos residuales de los lingotes de alimentación o del paso de la lámina de acero en el baño fundido pueden ser de hierro con un contenido de hasta el 5,0 %, preferentemente hasta el 3,0 % en peso.

25 **[0051]** Por ejemplo, se puede realizar una etapa de recocido después de la deposición de recubrimiento para obtener una lámina de acero galvanorrecoída.

**[0052]** Por lo tanto, una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica, al menos una propiedad mecánica esperada y mejorada, se obtiene mediante la aplicación del procedimiento según la presente invención.

Ejemplo

30 **[0053]** En este ejemplo, se utilizaron láminas de acero que tienen la siguiente composición en peso:

C (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	Al (%)	Cu (%)	Mo (%)	V (%)	N (%)	Nb (%)	Cr (%)	Ni (%)
0,583	21,9	0,226	0,03	0	0,031	0,01	0,206	0,0148	0	0,183	0,06

35 **[0054]** En este ejemplo, la lámina de acero recuperada tenía un valor diana de la propiedad mecánica  $M_{\text{diana}}$  que es  $UTS_{\text{diana}}$  siendo de 1512 MPa. Gracias a la etapa de calibración A, se determinó el valor de  $FMHM_{\text{diana}}$  correspondiente a la  $UTS_{\text{diana}}$ , la  $FMHM_{\text{diana}}$  fue de 1,096. Se determinó el  $P_{\text{diana}}$  del tratamiento térmico a realizar para alcanzar la  $UTS_{\text{diana}}$ , fue de 14,39. A continuación, el tiempo  $t_{\text{diana}}$  seleccionado fue de 40 segundos y la temperatura  $T^{\circ}_{\text{diana}}$  seleccionada fue de 650 °C.

45 **[0055]** En primer lugar, los ensayos 1 y 2 se calentaron y laminaron en caliente a una temperatura de 1200 °C. La temperatura de acabado del laminado en caliente se estableció en 890 °C y el enrollamiento se realizó a 400 °C después del laminado en caliente. A continuación, se realizó una 1ª laminación en frío con una tasa de reducción de laminación en frío del 50 %. Posteriormente, se realizó un recocido de recristalización a 825 °C durante 180 segundos. El valor de la  $UTS_{\text{recristalización}}$  obtenida fue de 980 MPa. Posteriormente, la 2ª laminación en frío se realizó con una tasa de reducción de laminación en frío del 30 %. El valor de la  $UTS_{\text{laminado en frío}}$  obtenida fue de 1540 MPa.

50 **[0056]** A continuación, el ensayo 1 se recoció a 650 °C durante 40 segundos según la presente invención. Después de este recocido, se recuperó el ensayo 1. La  $UTS$  del ensayo 1 fue de 1512,5 MPa.

55 **[0057]** El ensayo 2 se recoció a 650 °C durante 90 segundos, es decir, no se respetaron el  $t_{\text{diana}}$  y la  $T^{\circ}_{\text{diana}}$  determinados por el procedimiento de la presente invención. Después de este recocido, el ensayo 2 fue recristalizado. La  $UTS$  del ensayo 2 fue de 1415,15 MPa. La  $FMHM$  del ensayo 2 fue de 0,989 y el P fue de 14,12, es decir, fuera del intervalo de la presente invención.

**[0058]** Los resultados muestran que cuando se aplica el procedimiento según la presente invención, se puede obtener una lámina de acero recuperada que tiene las propiedades mecánicas esperadas.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación de una lámina de acero recuperada que tiene una matriz austenítica que presenta al menos una propiedad mecánica (M) igual o superior a un valor diana  $M_{diana}$  cuya composición comprende, en peso:

- 0,1 < C < 1,2 %,
  - 13,0 ≤ Mn < 25,0 %,
    - S ≤ 0,030 %,
      - 10 P ≤ 0,080 %,
        - N ≤ 0,1 %,
          - Si ≤ 3,0%,

y sobre una base puramente opcional, uno o más elementos tales como

- 15 Nb ≤ 0,5 %,
  - B ≤ 0,005 %,
    - Cr ≤ 1,0 %,
      - Mo ≤ 0,40 %,
        - 20 Ni ≤ 1,0 %,
          - Cu ≤ 5,0 %,
            - Ti ≤ 0,5 %,
              - V ≤ 2,5 %,
                - Al ≤ 4,0 %,
                  - 25 0,06 ≤ Sn ≤ 0,2 %,

constituyendo el resto de la composición hierro e impurezas inevitables resultantes del desarrollo, comprendiendo dicho procedimiento las etapas que consisten en:

30 A. una etapa de calibración donde:

se preparan al menos 2 muestras de dicho acero que han sido sometidas a tratamientos térmicos entre 400 y 900 °C durante 40 segundos a 60 minutos, correspondientes a los valores de Pareq P, definiéndose Pareq por:

$$Pareq = -0,76 * \log \left( \exp \left( \int - \left( \frac{\Delta H}{RT} \right) * dt \right) \right)$$

35

con ΔH: energía de difusión del hierro en hierro (igual a 300 kJ/mol), T = temperatura del ciclo en Kelvin, siendo la integración sobre el tiempo de tratamiento térmico en hora,

- 40 I. dichas muestras se someten a difracción de rayos X para obtener espectros que incluyen un pico principal cuya anchura a la altura media FWHM se está midiendo,
- II. se mide la M de dichas muestras,
- III. se mide el estado de recuperación o recristalización de cada muestra,
- 45 IV. se dibuja la curva de M en función de FWHM en el dominio donde las muestras se recuperan de 0 a 100 %, pero no se recristalizan,

B. una etapa de cálculo donde:

- I. se determina el valor de  $FWHM_{diana}$  correspondiente a la  $M_{diana}$ ,
- 50 II. se determina el valor de Pareq  $P_{diana}$  del tratamiento térmico a realizar para alcanzar dicha  $M_{diana}$  y
- III. se selecciona un tiempo  $t_{diana}$  y una  $T_{diana}$  correspondiente al valor  $P_{diana}$ ,

- C. una etapa de alimentación de una lámina de acero recristalizado que tiene una  $M_{recristalización}$ ,
- D. una etapa de laminación en frío para obtener una lámina de acero que tiene una  $M_{laminado\ en\ frío}$  y
- 55 E. una etapa de recocido realizada a una temperatura  $T_{diana}$  durante un tiempo  $t_{diana}$ .

Los siguientes términos se definen como:

$M_{diana}$ : valor diana de la propiedad mecánica,  $M_{recristalización}$ : propiedad mecánica después de un recocido de recristalización,  $M_{laminado\ en\ frío}$ : propiedad mecánica después del laminado en frío,  $P_{diana}$ : valor diana de pareq, FWHM: anchura completa a la mitad del máximo del espectro de difracción de rayos X y  $FWHM_{diana}$ : valor diana de la anchura completa a la mitad del máximo del espectro de difracción de rayos X

60

2. Procedimiento según la reivindicación 1, donde la lámina de acero se recristaliza después de un recocido de recristalización realizado entre 700 y 900 °C.

5 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, donde el laminado en frío se realiza con una tasa de reducción entre 1 y 50 %.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde durante la etapa de calibración A.II), cuya anchura completa a la mitad del máximo FWHM se mide corresponde al índice Miller [311].

10

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde M es la resistencia a la tracción máxima (UTS), el alargamiento total (TE) o ambos (UTS\*TE).

6. Procedimiento según la reivindicación 5, donde cuando M es UTS, la determinación de FWHM durante la etapa de cálculo B.I) se logra con la siguiente ecuación:

$$UTS_{diana} = UTS_{laminado\ en\ frio} - \left( UTS_{laminado\ en\ frio} - UTS_{recristalización} \right) * \left( \frac{FWHM_{medido} - FWHM_{laminado\ en\ frio}}{FWHM_{recristalización} - FWHM_{laminado\ en\ frio}} \right)^2$$

7. Procedimiento según la reivindicación 5 o 6, donde cuando la M es UTS, la UTS<sub>diana</sub> es superior o igual a 1430 MPa.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, donde la UTS<sub>diana</sub> está entre 1430 y 2000 MPa.

9. Procedimiento según la reivindicación 5, donde cuando M es TE, la determinación de FWHM durante la etapa de cálculo B.I) se logra con la siguiente ecuación:

$$TE_{diana} = TE_{laminado\ en\ frio} - \left( TE_{laminado\ en\ frio} - TE_{recristalización} \right) * \left( \frac{FWHM_{medido} - FWHM_{laminado\ en\ frio}}{FWHM_{recristalización} - FWHM_{laminado\ en\ frio}} \right)^2$$

10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 5 o 9, donde cuando M es TE, TE<sub>diana</sub> es superior o igual al 15 %.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, donde TE<sub>diana</sub> está entre 15 y 30 %.

12. Procedimiento según la reivindicación 5, donde cuando M es TE\*UTS, la determinación de FWHM durante la etapa de cálculo B.I) se logra con la siguiente ecuación:

$$UTS_{diana} * TE_{diana} = \left( UTS_{laminado\ en\ frio} - \left( UTS_{laminado\ en\ frio} - UTS_{recristalización} \right) * \left( \frac{FWHM_{medido} - FWHM_{laminado\ en\ frio}}{FWHM_{recristalización} - FWHM_{laminado\ en\ frio}} \right)^2 \right) * \left( TE_{laminado\ en\ frio} - \left( TE_{laminado\ en\ frio} - TE_{recristalización} \right) * \left( \frac{FWHM_{medido} - FWHM_{laminado\ en\ frio}}{FWHM_{recristalización} - FWHM_{laminado\ en\ frio}} \right)^2 \right)$$

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, donde cuando M es TE\*UTS, UTS<sub>diana</sub>\*TE<sub>diana</sub> es superior a 21000, siendo TE<sub>diana</sub> máximo del 30 %.

14. Procedimiento según la reivindicación 13, donde UTS<sub>diana</sub>\*TE<sub>diana</sub> está entre 21000 y 60000, siendo TE<sub>diana</sub> máximo del 30 %.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, donde FWHM<sub>diana</sub> es igual a:

$$\left( \frac{FWHM_{\text{medido}} - FWHM_{\text{laminado en frío}}}{FWHM_{\text{recristalización}} - FWHM_{\text{laminado en frío}}} \right)$$

16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, donde  $FWHM_{\text{diana}}$  debe satisfacer la siguiente ecuación:

5

$$\left( \frac{FWHM_{\text{medido}} - FWHM_{\text{laminado en frío}}}{FWHM_{\text{recristalización}} - FWHM_{\text{laminado en frío}}} \right) < 0,73$$

17. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, donde  $P_{\text{diana}}$  es superior a 14,2.

10 18. Procedimiento según la reivindicación 17, donde  $P_{\text{diana}}$  está entre 14,2 y 25.

19. Procedimiento según la reivindicación 18, donde  $P_{\text{diana}}$  está entre 14,2 y 18.

20. Procedimiento según la reivindicación 19, donde  $T_{\text{diana}}$  está entre 400 y 900 °C y  $t_{\text{diana}}$  está entre 40  
15 segundos y 60 minutos.

21. Lámina de acero TWIP recubierta que tiene una matriz austenítica que se puede obtener por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20.