

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑪ Numéro de dépôt: **86870147.5**

⑤ Int. Cl.⁴: **C 25 D 7/06**

⑫ Date de dépôt: **13.10.86**

③ Priorité: **15.10.85 LU 86119**

④ Date de publication de la demande:
20.05.87 Bulletin 87/21

⑥ Etats contractants désignés:
AT CH DE ES FR GB GR IT LI NL SE

⑦ Demandeur: **CENTRE DE RECHERCHES
METALLURGIQUES CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE
METALLURGIE Association sans but lucratif
Vereniging zonder winstoogmerk Rue Montoyer, 47
B-1040 Bruxelles (BE)**

⑧ Inventeur: **Economopoulos, Marios
6/111, quai Marcellis
B-4020 Liège (BE)**

⑨ Mandataire: **Lacasse, Lucien Emile et al
CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES Abbaye
du Val-Benoît 11, rue Ernest Solvay
B-4000 Liège (BE)**

⑤④ Dispositif de dépôt électrolytique et procédé pour sa mise en oeuvre.

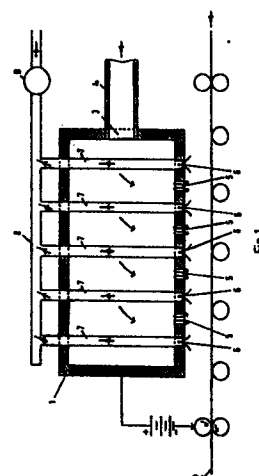
⑤⑦ Dispositif pour le dépôt électrolytique sur un substrat, constitué d'un caisson (1) dont les parois délimitent un volume intérieur fermé et qui comporte :

(a) au moins un orifice (3), dit orifice d'alimentation, traversant une paroi du caisson et donnant accès audit volume intérieur;

(b) dans au moins une paroi, une première série d'orifices (5) traversant ladite paroi et mettant en communication ledit volume intérieur avec l'extérieur du caisson;

(c) dans cette même paroi, une deuxième série d'orifices (6), voisins des orifices de la première série, traversant également ladite paroi et raccordés à des tubes (7) qui traversent ledit volume intérieur sans communiquer avec lui et débouchent à l'extérieur dudit caisson.

L'électrolyte, fourni par l'orifice d'alimentation, traverse les premiers orifices (5), circule entre le caisson (1) et le substrat (2) où il parcourt une distance courte avant d'être repris par les deuxièmes orifices (6).



Description

Dispositif de dépôt électrolytique et procédé pour sa mise en oeuvre.

La présente invention concerne le dépôt électrolytique d'un matériau métallique sur un substrat.

On utilise depuis longtemps la technique du dépôt électrolytique pour former aussi bien des revêtements adhérents que des revêtements non adhérents de faible épaisseur, ceux-ci pouvant ensuite être séparés de leur substrat sous forme de feuille extra mince.

Dans cette technique, on sait que la vitesse de dépôt du matériau métallique dépend, entre autres paramètres, de la densité de courant mise en oeuvre, et que la réalisation pratique de cette densité de courant est elle-même liée à la "turbulence" de l'électrolyte.

D'autre part, on sait que le coût d'une opération d'électrolyse dépend notamment de la différence de potentiel existant entre les électrodes, et que celle-ci peut être d'autant moins élevée que la distance entre les électrodes est plus faible.

La mise en oeuvre économique d'une telle opération d'électrolyse implique donc que l'on fasse circuler l'électrolyte à grande vitesse entre deux électrodes aussi rapprochées que possible.

Ce problème a déjà reçu diverses solutions, qui consistent essentiellement à envoyer l'électrolyte soit tangentiellement, soit perpendiculairement aux surfaces des électrodes en présence. Ces solutions ne sont cependant applicables que pour des électrodes de faible étendue. En effet, lorsque les surfaces en présence sont importantes, comme c'est le cas par exemple lors du revêtement d'une tôle ou d'une bande d'acier de largeur importante ou lors de la fabrication par électroformage de feuilles minces de grande largeur, les pertes de charge sont énormes en raison de la faible section d'écoulement et de la grande distance parcourue par l'électrolyte; il faut alors faire appel à des pompes très puissantes qui appliquent des pressions très élevées pour assurer la circulation de l'électrolyte. Ces pressions développent à leur tour des efforts importants sur les électrodes qui peuvent s'en trouver déformées, ce qui provoque une variation incontrôlable de leur écartement et contrarie la régularité de l'électrolyse.

La présente invention propose un dispositif permettant d'assurer, de façon économique, une turbulence élevée d'un électrolyte entre deux électrodes très rapprochées, sans faire appel à des pressions motrices excessives.

Le dispositif de dépôt électrolytique sur un substrat, qui fait l'objet de la présente invention, destiné à assurer une turbulence élevée de l'électrolyte entre une anode et une cathode très rapprochées, la cathode étant généralement constituée par le substrat, est essentiellement caractérisé en ce qu'il comporte une plaque percée d'une première série d'orifices répartis sur la surface de la plaque et raccordés à des moyens d'alimentation en électrolyte, ainsi que d'une seconde série d'orifices également répartis sur la surface de la plaque et voisins des orifices de ladite première série, les orifices de ladite seconde série étant raccordés à

des moyens d'évacuation de l'électrolyte, et en ce que ladite plaque constitue l'anode du circuit d'électrolyse.

Selon une réalisation particulière de ce dispositif, ladite plaque forme, avec une pluralité d'autres parois, un caisson qui délimite un volume intérieur fermé et qui comporte :

(a) au moins un orifice, dit orifice d'alimentation, traversant une paroi du caisson et donnant accès audit volume intérieur;

(b) des tubes raccordés aux orifices de ladite seconde série, traversant ledit volume intérieur sans communiquer avec lui et débouchant à l'extérieur dudit caisson.

Selon un autre mode de réalisation du dispositif de l'invention, lesdits tubes raccordés aux orifices de la seconde série sont, à leur autre extrémité, raccordés à des moyens d'aspiration, par exemple à une pompe par l'intermédiaire d'un collecteur.

Le principe de fonctionnement de ce dispositif est le suivant : le caisson, raccordé au pôle positif d'une source de courant continu, est disposé de telle façon que sa paroi pourvue des deux séries d'orifices soit située près de la surface du substrat, qui est raccordée au pôle négatif de la même source de courant continu. L'électrolyte est introduit, sous une pression modérée, dans le volume intérieur du caisson par l'orifice d'alimentation. Sous l'effet de la pression d'alimentation, l'électrolyte quitte le caisson par les orifices de la première série, et il circule dans l'espace étroit existant entre la paroi du caisson et le substrat, donc entre l'anode et la cathode. Après un court trajet dans cet espace, l'électrolyte est repris par les orifices de la deuxième série, par exemple par aspiration, et conduit, par les tubes raccordés à ces orifices, à une distance suffisante du substrat. Il peut alors être à nouveau introduit dans le caisson, éventuellement après régénération, et parcourir à nouveau le circuit qui vient d'être décrit.

Afin de faire bien comprendre le principe du dispositif de l'invention ainsi que son fonctionnement, on va maintenant en donner une description détaillée en faisant référence aux dessins annexés, dans lesquels :

la figure 1 représente schématiquement un caisson destiné au revêtement d'une surface plane, telle qu'une face d'une bande;

la figure 2 montre un caisson adapté à la formation d'une feuille extra mince par dépôt non adhérent sur un cylindre rotatif;

la figure 3 présente la variation du débit spécifique de l'électrolyte en fonction de sa pression entre les électrodes, pour diverses valeurs de la distance anode-cathode;

la figure 4 exprime l'influence de la distance anode-cathode sur la pression de l'électrolyte entre les électrodes, pour un débit spécifique constant de l'électrolyte.

Dans ces figures, les mêmes éléments sont chaque fois désignés par les mêmes repères

numériques.

Faisant référence en premier lieu à la figure 1, le dispositif de l'invention comprend un caisson 1 dont une des parois est disposée parallèlement et à très faible distance de la surface d'une bande métallique 2 en défilement. Dans une paroi latérale, le caisson 1 est pourvu d'un orifice 3 auquel est raccordée une conduite 4 d'alimentation en électrolyte à partir d'une source non représentée.

Dans la paroi du caisson 1 faisant face à la bande 2 est prévue une première série d'orifices 5 faisant communiquer le volume intérieur du caisson 1 avec l'espace étroit existant entre le caisson 1 et la bande 2. Dans cette même paroi est ménagée une deuxième série d'orifices 6 auxquels sont raccordés des tubes 7 qui traversent le volume intérieur du caisson 1 et qui en sortent en passant, de façon étanche, à travers une autre paroi du caisson 1. Dans la réalisation illustrée par la figure 1, ces tubes débouchent dans un collecteur 8 qui peut être raccordé à une pompe 9.

Pour former un dépôt électrolytique sur la bande 2, celle-ci est reliée au pôle négatif d'une source de courant continu, ou éventuellement à la terre, tandis que le caisson 1 est relié au pôle positif de cette même source de courant continu. Le caisson constitue donc l'anode et la bande constitue la cathode d'un circuit d'électrolyse.

Dans la figure 1, les liaisons électriques sont représentées de façon schématique, car la technologie de ces liaisons est bien connue et ne fait d'ailleurs pas partie de la présente invention.

L'électrolyte pénètre dans le volume intérieur du caisson 1 par l'orifice d'alimentation 3 relié à la conduite 4. Sous l'effet de la pression d'alimentation, l'électrolyte remplit le volume intérieur du caisson, puis il s'écoule par les orifices 5 pour occuper l'espace étroit existant entre le caisson 1 et la bande 2. Un courant électrique peut ainsi circuler entre l'anode et la cathode et assurer le dépôt électrolytique désiré sur la bande 2. Grâce à la faible distance séparant les orifices 5 des orifices 6, l'électrolyte est très rapidement repris, par aspiration, à travers les orifices 6 et les tubes 7, jusqu'au collecteur 8 et à la pompe 9. Après avoir éventuellement été régénéré et avoir reçu une quantité d'appoint par des moyens connus non représentés, l'électrolyte est alors renvoyé, par l'action de la pompe 9, dans la conduite d'alimentation 4 et recommence le circuit.

Dans une variante préférentielle de l'invention, les dispositifs d'aspiration, à savoir le collecteur 8 et la pompe 9, sont éliminés complètement. Le caisson 1 est complètement immergé dans la cuve contenant l'électrolyte et les tubes 7 débouchent directement dans cette cuve. L'électrolyte s'écoule alors à travers les tubes 7 sous l'effet de la pression établie entre l'anode et la cathode.

En raison de la brièveté du trajet accompli par l'électrolyte dans l'espace étroit existant entre le caisson et le substrat, entre un orifice 5 et un orifice 6 voisin, la perte de charge opposée à la circulation de l'électrolyte est très réduite. La pression requise pour assurer cette circulation est dès lors plus faible que dans les solutions connues antérieurement. En outre, la reprise presque immé-

diante de l'électrolyte par les orifices 6 prévient, ou au moins limite fortement l'écoulement latéral de ce dernier.

L'exemple précité se réfère plus spécialement au revêtement de produits plats, tels que des bandes. Il va cependant de soi que l'invention n'est pas limitée à ce type de produit, et que son utilisation s'étend également au revêtement de produits de section quelconque, par l'utilisation de plaques, notamment de parois de caisson épousant le contour du substrat.

Le dispositif de l'invention permet également de déposer des revêtements non adhérents, que l'on peut détacher de leur substrat pour obtenir des feuilles de très faible épaisseur.

La figure 2 illustre cette application.

La figure 2 représente un caisson 1 dont une paroi comporte une cavité semi-cylindrique où sont ménagés les orifices 5 et 6 définis plus haut. Les orifices 6 sont reliés à un collecteur 8 par des tubes 7. Dans la cavité semi-cylindrique est disposé un cylindre 10, coaxial à ladite cavité dans laquelle il peut tourner. Le diamètre extérieur du cylindre est légèrement inférieur à celui de la cavité, de façon à laisser subsister entr'eux une fente annulaire étroite. Le caisson 1 et le cylindre 10 sont connectés respectivement au pôle positif et au pôle négatif d'une source de courant continu. L'électrolyte est introduit par la conduite d'alimentation 4, parvient par les orifices 5 dans la fente annulaire où il subit l'électrolyse, puis est repris par les orifices 6 et les tubes 7 vers le collecteur 8. La feuille métallique 11 formée sur le cylindre est alors détachée d'une manière connue en soi.

Les essais effectués par le Demandeur ont montré que les installations des figures 1 et 2, présentaient plusieurs avantages par rapport aux dispositifs connus.

La description qui suit est consacrée plus particulièrement à la production de feuilles extra-minces par l'installation de la figure 2. Les effets et les avantages décrits sont cependant également vrais dans le cas du revêtement par l'installation de la figure 1.

D'un point de vue hydraulique, les essais ont confirmé que le raccourcissement du chemin hydraulique de l'électrolyte constituait un excellent moyen pour réduire la pression entre les électrodes.

Le dispositif conforme à l'invention a permis d'atteindre un débit spécifique d'électrolyte de 20 l/m².s sous une pression de 1 kg/cm² avec une distance anode-cathode égale à 0,1 mm. Un tel débit spécifique assure une turbulence élevée, qui favorise à son tour le comportement électrique de l'installation.

La figure 3 illustre la variation du débit spécifique de l'électrolyte en fonction de la pression, pour différentes valeurs de la distance anode-cathode. Elle montre clairement que le dispositif de l'invention permet de diminuer très fortement cette distance tout en assurant des débits spécifiques appréciables et sans nécessiter des pressions excessives.

Cette caractéristique est illustrée par le diagramme de la figure 4, qui traduit l'influence de la distance anode-cathode sur la pression de l'électro-

lyte assurant un débit spécifique prédéterminé.

Pour un débit spécifique q constant égal à 46 l/m².s, le dispositif de l'invention a permis d'abaisser la distance anode-cathode à 0,2 mm, alors que la pression est seulement passée de 0,4 à 0,6 kg/cm².

En ce qui concerne l'aspect électrique de la formation d'une feuille extra-mince, ces essais ont également souligné l'importance de la densité de courant (D) et de la turbulence de l'électrolyte pendant l'opération de dépôt. Toutes les autres conditions étant constantes, ces deux paramètres conditionnent largement la cohésion et la qualité de surface de la feuille extra-mince obtenue. Comme on l'a déjà indiqué dans l'introduction de la présente demande, la réalisation pratique de la densité de courant dépend également de la vitesse de circulation de l'électrolyte, c'est-à-dire en définitive de son débit spécifique. Par une augmentation appropriée du débit spécifique pour une distance anode-cathode constante, le dispositif de l'invention a permis de produire des feuilles extra-minces parfaitement saines sous des densités de courant largement supérieures à 100 A/dm².

Le dispositif de l'invention se révèle également avantageux à cet égard, car une augmentation de la densité de courant entraîne la possibilité d'accroître la vitesse et dès lors la productivité des lignes de dépôt, pour une épaisseur donnée de feuille extra-mince à produire.

Un avantage supplémentaire de l'installation conforme à l'invention est qu'elle permet d'atteindre des niveaux élevés de turbulence et de densité de courant tout en n'utilisant que des pressions peu élevées. Il en résulte que l'anode et le substrat ne sont pas soumis à des efforts importants et qu'ils ne se déforment donc pas de façon sensible. En outre, la consommation d'énergie de la pompe reste faible.

L'augmentation de la turbulence, que permet le dispositif de l'invention, a encore entraîné une diminution de la résistivité apparente de la cellule d'électrolyse. Ainsi, pour une même distance anode-cathode de 1 mm, une augmentation de la pression de l'électrolyte de 0,5 kg/cm² à 1 kg/cm² a provoqué un accroissement du débit spécifique de 53,9 l/m².s à 80 l/m².s et une chute de la résistivité apparente de la cellule d'électrolyse de 2,21 ohm-cm à 1,43 ohm-cm. Il en est résulté une réduction supplémentaire de la consommation d'énergie lors du dépôt.

Dans la description qui précède, on a systématiquement fait référence à une alimentation en électrolyte assurée par les orifices de la première série, tandis que la reprise et le retour de l'électrolyte étaient effectués par les orifices de la seconde série et par les tubes associés à ces orifices. En particulier, on a proposé d'utiliser un caisson pour assurer cette alimentation. Il ne sortirait cependant pas du cadre de la présente invention de réaliser l'alimentation des orifices de l'une quelconque des deux séries en raccordant directement ces orifices à des tuyaux d'alimentation individuels, en l'absence de tout caisson: ces tuyaux d'alimentation pourraient alors être eux-mêmes raccordés, individuellement ou en groupes quelconques, à une source d'électrolyte. Les orifices de l'autre série seraient alors avantageusement pourvus de tubes de retour

de l'électrolyte.

Le dispositif de la présente invention permet également de faire varier la largeur de la plage revêtue du substrat ou la largeur de la feuille extra-mince, en adaptant la longueur - dans le sens transversal du produit - du caisson 1 ou du cylindre 10, respectivement. Cette adaptation peut être opérée par exemple en modifiant le nombre de caissons juxtaposés selon la largeur du produit ou en cloisonnant un long caisson en plusieurs compartiments à alimentation et évacuation propres, soit encore en obturant une partie des orifices de passage de l'électrolyte.

Enfin, il est possible de combiner divers dispositifs conformes à l'invention pour revêtir simultanément soit les deux faces d'un même produit plat, en particulier d'une bande, éventuellement de revêtements différents, soit une seule face de deux produits plats, ou encore pour produire simultanément plusieurs feuilles à partir d'une seule solution électrolytique.

Dans le cas de la production d'une feuille extra-mince, l'opération de formation de la feuille peut avantageusement être suivie, en ligne, d'un traitement thermique destiné à fixer les propriétés. Etant donné la très large utilisation de ce type de produit dans l'industrie de l'emballage, une de ses propriétés essentielles est son aptitude au pliage, qui implique une limite d'élasticité faible et une absence d'effet ressort après pliage.

A cette fin, le procédé qui fait l'objet de la présente invention peut comporter une opération de traitement thermique comprenant une première étape de réchauffage de la feuille extra-mince au-delà de sa température de recristallisation, suivie d'une étape de refroidissement rapide jusqu'à une température voisine de la température ambiante. Par "voisine de la température ambiante", il faut entendre une température à laquelle la feuille extra-mince ne subit plus aucune transformation métallurgique.

En pratique, la température de réchauffage est supérieure à environ 650°C, afin de provoquer la recristallisation du métal, et d'améliorer ainsi sa ductilité en réduisant sa limite d'élasticité et sa charge de rupture par rapport aux niveaux observés immédiatement après l'électroformage. L'étape de réchauffage est de préférence exécutée par chauffage direct par résistance.

Le refroidissement rapide peut être effectué par exemple par immersion de la feuille extra-mince dans un bain aqueux de trempe pouvant se trouver à une température supérieure à la température ambiante. Un tel refroidissement rapide exerce sur la feuille extra-mince un effet adoucissant qui favorise l'apparition de l'aptitude au pliage. Le degré d'adoucissement ainsi atteint dépend bien entendu de la pureté du métal constituant ladite feuille, et en particulier de ses teneurs en carbone et en azote libres.

A titre d'exemple, une feuille extra-mince (10 µm) en fer contenant moins de 0,002 % de carbone et moins de 0,0007 % d'azote, a été recristallisée par chauffage et maintien entre 650°C et 850°C, puis refroidie à environ 5600°C/s par immersion dans l'eau bouillante. Elle a acquis ainsi une excellente

aptitude au pliage sans effet ressort sans rien perdre de sa planéité ni de son aspect superficiel.

Une feuille extra-mince en fer, produite et traitée thermiquement suivant le procédé de l'invention, présente une aptitude au pliage au moins équivalente à celle des feuilles en aluminium actuellement utilisées.

Le dispositif et le procédé conformes à la présente invention permettent de fabriquer des produits revêtus et en particulier de produire des feuilles extra-minces de haute qualité, avec une productivité élevée de l'installation et moyennant une consommation d'énergie limitée.

Ces excellents résultats ont pu être obtenus grâce à la combinaison des deux caractéristiques fondamentales de l'invention, à savoir une turbulence élevée de l'électrolyte et un chemin hydraulique très court entre les électrodes. La turbulence élevée est assurée par le fait que l'électrolyte présentant une quantité de mouvement élevée arrive perpendiculairement à la surface du substrat, c'est-à-dire de la cathode, et qu'il se répand entre l'anode et la cathode avant d'être très rapidement repris par les orifices d'évacuation. Dans ces conditions, il ne s'établit pratiquement pas d'écoulement laminaire parallèle aux électrodes. Par ailleurs, on considère généralement que la turbulence de l'électrolyte dépend de sa vitesse de circulation entre les électrodes. La disposition qui fait l'objet de la présente invention permet cependant d'atteindre une turbulence élevée sans nécessiter de débits d'électrolyte importants; en outre, la pression requise étant faible, la puissance de pompage et par conséquent la consommation d'énergie sont limitées. Le chemin hydraulique est très court en raison de la faible distance séparant les orifices d'alimentation des orifices d'évacuation. La disposition de l'invention permet d'évacuer pratiquement la totalité de l'électrolyte par les orifices d'évacuation; il ne se produit donc pas d'écoulement latéral notable et le dispositif de la présente invention présente l'avantage, important dans la pratique, de ne pas nécessiter de joints latéraux.

Revendications

1. Dispositif de dépôt électrolytique sur un substrat, destiné à assurer une turbulence élevée de l'électrolyte entre une anode et une cathode très rapprochées, la cathode étant généralement constituée par le substrat, caractérisé en ce qu'il comporte une plaque percée d'une première série d'orifices répartis sur la surface de la plaque et raccordés à des moyens d'alimentation en électrolyte, ainsi que d'une seconde série d'orifices, également répartis sur la surface de la plaque et voisins des orifices de ladite première série, les orifices de ladite seconde série étant raccordés à des moyens d'évacuation de l'électrolyte, et en ce que ladite plaque constitue l'anode du circuit d'électrolyse.

2. Dispositif suivant la revendication 1, caracté-

térisé en ce que ladite plaque forme, avec une pluralité d'autres parois, un caisson qui délimite un volume intérieur fermé et qui comporte :

(a) au moins un orifice, dit orifice d'alimentation, traversant une paroi du caisson et donnant accès audit volume intérieur;

(b) des tubes raccordés aux orifices de ladite seconde série, traversant ledit volume intérieur sans communiquer avec lui et débouchant à l'extérieur dudit caisson.

3. Dispositif suivant la revendication 2, caractérisé en ce qu'au moins une partie desdits tubes raccordés aux orifices de la seconde série sont, à leur autre extrémité, raccordés à des moyens d'aspiration.

4. Dispositif suivant la revendication 3, caractérisé en ce que lesdits moyens d'aspiration comprennent un collecteur et une pompe.

5. Dispositif suivant la revendication 1, caractérisé en ce que les orifices de l'une quelconque des deux séries d'orifices sont raccordés à des tuyaux d'alimentation individuels, en ce que ces tuyaux d'alimentation individuels sont raccordés, individuellement ou en groupes quelconques, à une source d'électrolyte, et en ce que les orifices de l'autre série sont raccordés à des tubes de retour de l'électrolyte.

6. Dispositif suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comporte en outre des moyens pour séparer le substrat et une feuille extra-mince constituée par le revêtement électrolytique déposé sur ledit substrat, des moyens de chauffage pour réchauffer ladite feuille extra-mince jusqu'à une température supérieure à sa température de recristallisation, ainsi que des moyens pour refroidir rapidement la feuille extra-mince jusqu'à une température voisine de la température ambiante.

7. Procédé de dépôt électrolytique sur un substrat à l'aide d'un dispositif conforme à l'une ou l'autre des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on dispose ladite plaque, respectivement la paroi dudit caisson percée des deux séries d'orifices, parallèlement et à très faible distance de la surface du substrat, et en ce que l'on relie d'une part ladite plaque, respectivement ladite paroi, au pôle positif d'une source de courant continu et d'autre part ledit substrat au pôle négatif de ladite source, en ce que l'on alimente en électrolyte les orifices d'une desdites séries d'orifices, afin d'introduire cet électrolyte dans l'espace étroit compris entre la plaque, respectivement la paroi, et le substrat, en ce que l'on fait circuler l'électrolyte dans ledit espace étroit et en ce qu'on le reprend, au moins partiellement, à travers au moins une partie des orifices de l'autre série d'orifices.

8. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que l'on reprend au moins une partie dudit électrolyte en appliquant une dépression à au moins une partie des orifices de cette autre série d'orifices.

9. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 7 et 8, caractérisé en ce que l'on immerge au moins partiellement ladite plaque, respectivement ladite paroi, ainsi que le substrat, dans l'électrolyte.

5

10. Procédé suivant l'une des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que l'on sépare le substrat et une feuille extra-mince constituée par le revêtement électrolytique déposé sur ledit substrat, en ce que l'on réchauffe ladite feuille extra-mince jusqu'à une température supérieure à sa température de recristallisation et en ce que l'on refroidit ensuite rapidement la feuille extra-mince jusqu'à une température voisine de la température ambiante.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

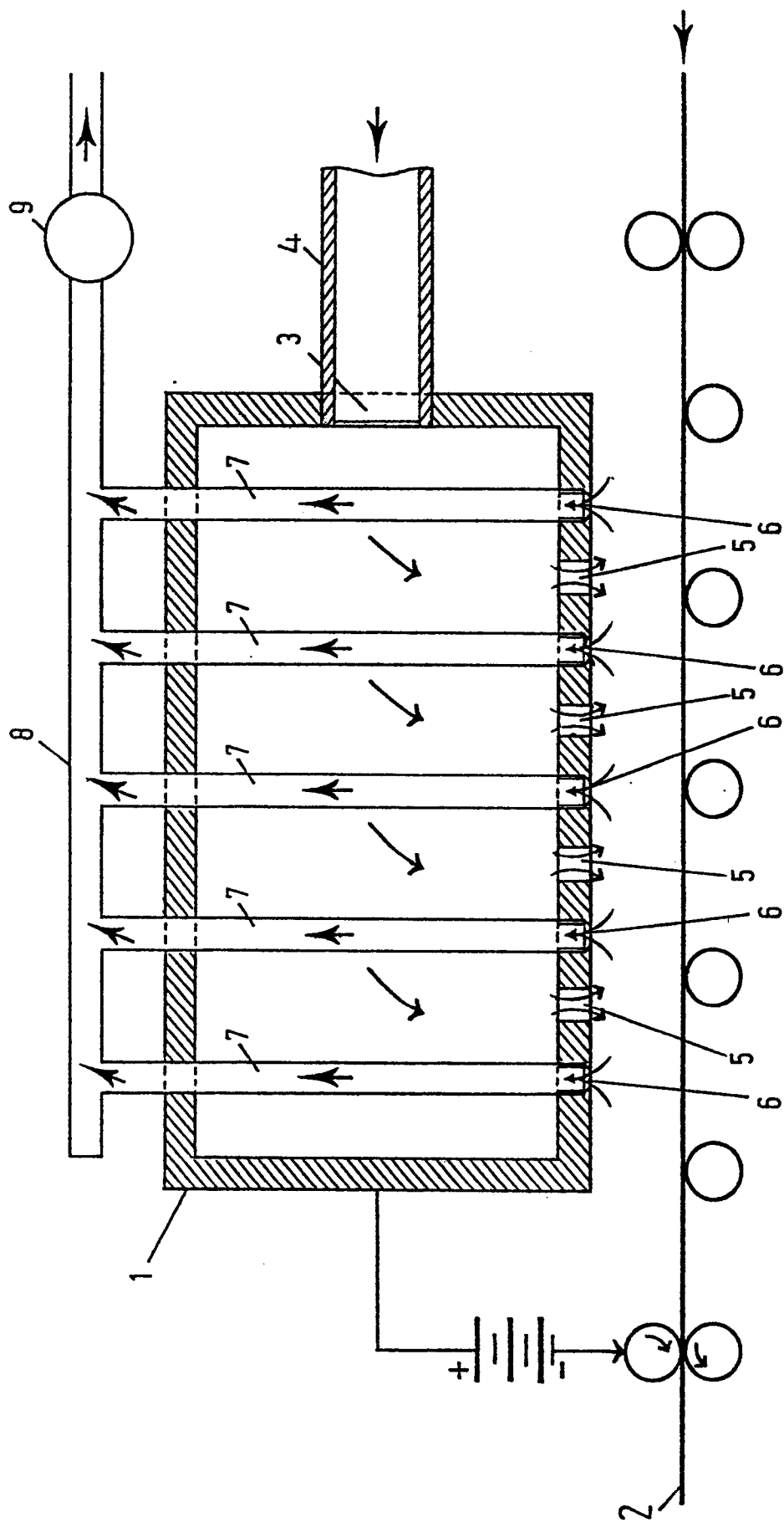


Fig.1 -

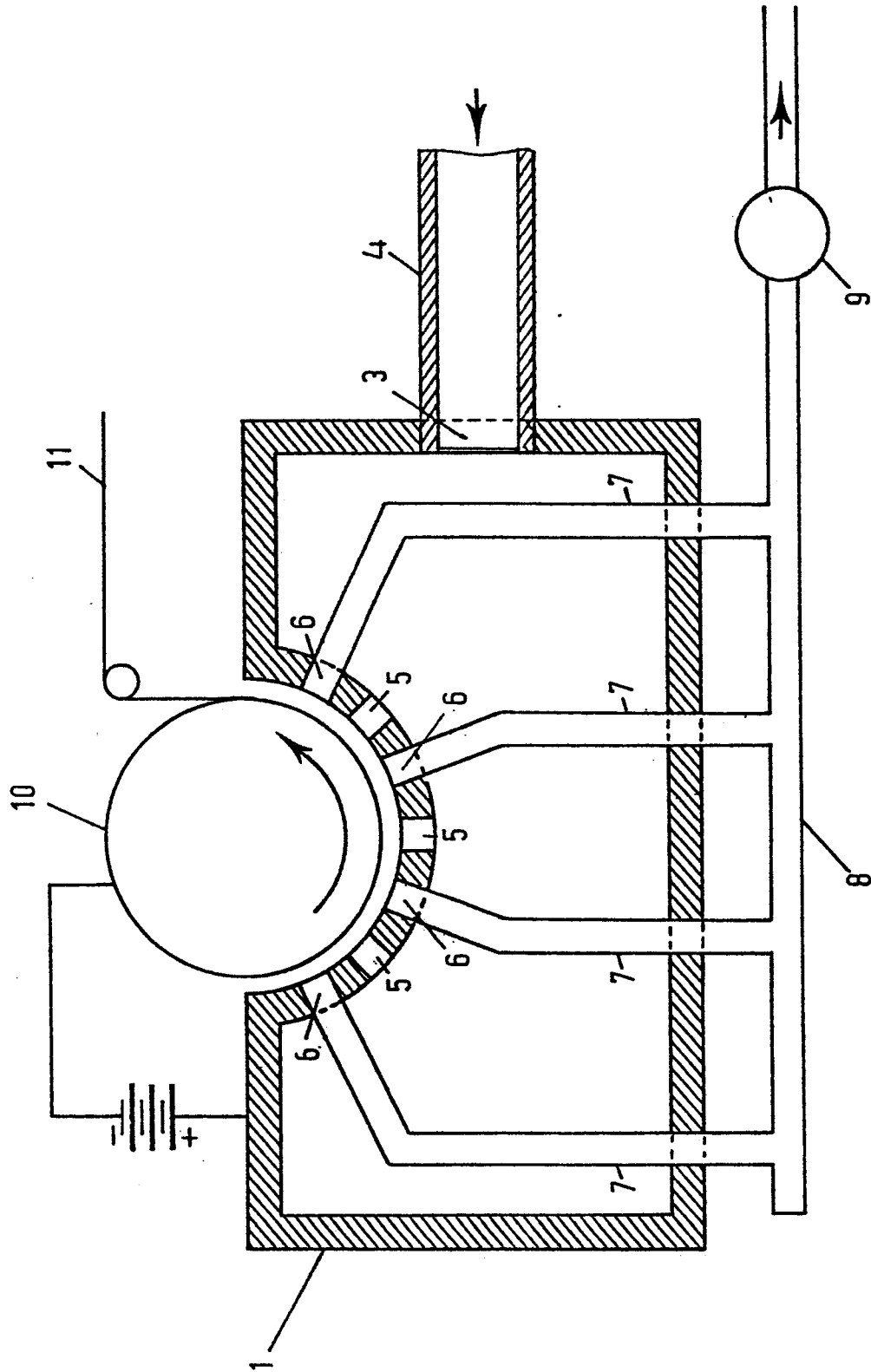


Fig. 2 -

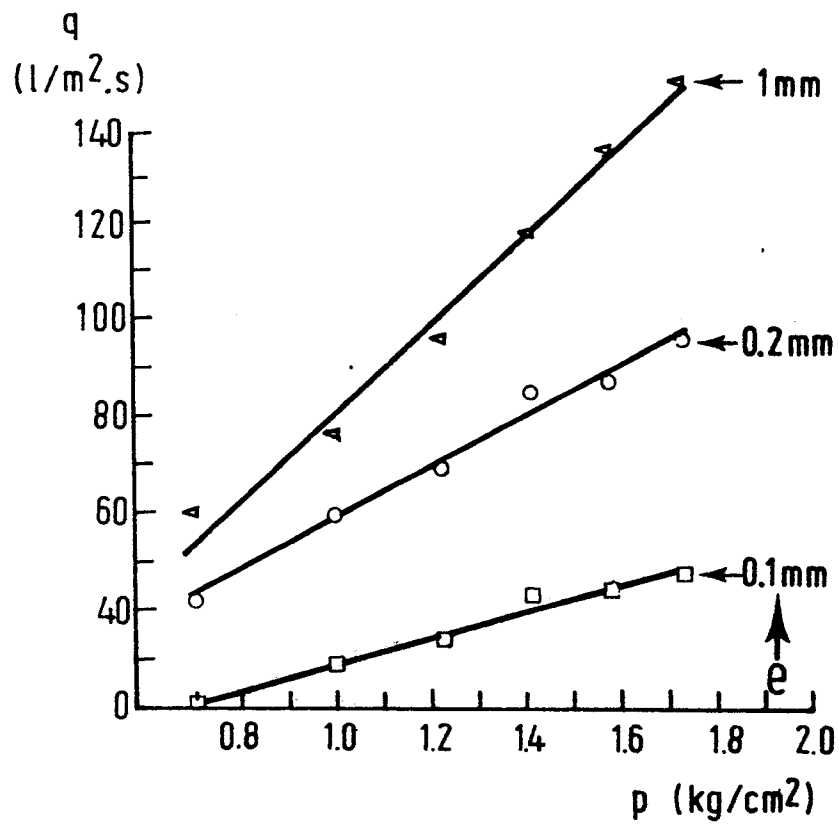


Fig.3_

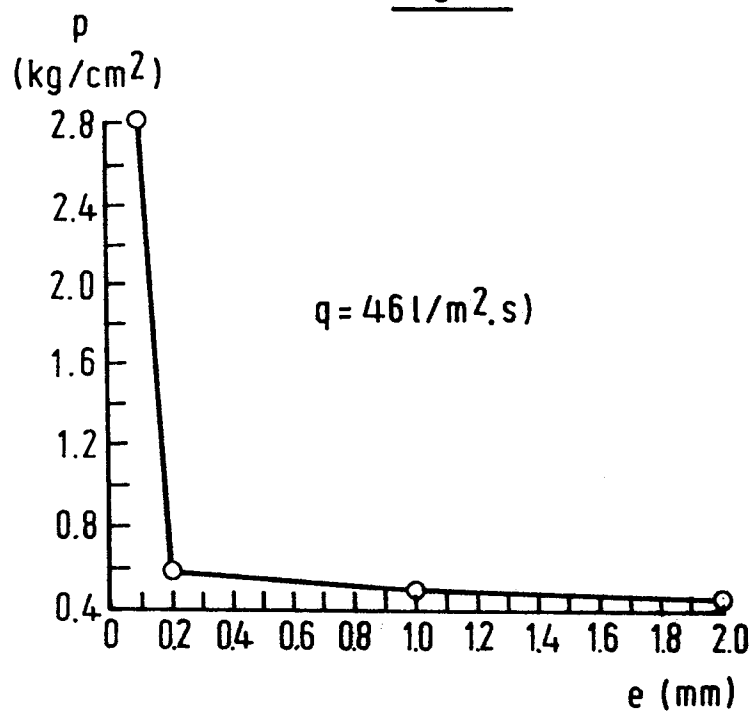


Fig.4_



EP 86 87 0147

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
X	FR-A-2 350 142 (HOECHST) * Figure 4 * -----	1-5,7-9	C 25 D 7/06
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
			C 25 D
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 28-11-1987	Examineur NGUYEN THE NGHIEP
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	