



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1010913A3

NUMERO DE DEPOT : 09700125

Classif. Internat. : C21D C23C

Date de délivrance le : 02 Mars 1999

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 11 Février 1997 à 14H45 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL SAMBRE en abrégé RD-CS boulevard de Colonster B57, B-4000 LIEGE(BELGIQUE)


représenté(e)(s) par : VOSSWINKEL Philippe, GEVERS & VANDER HAEGHEN, Rue de Livourne 7, -B 1060 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE RECUIIT D'UN SUBSTRAT METALLIQUE AU DEFILE.

INVENTEUR(S) : Vanden Brande Pierre, place Aimé Dandoy 2, B-1040 Bruxelles (BE); Weymeersch Alain, rue des Liniers, 52/8F, B-1300 Wavre (BE); Harlet Philippe, rue Canada 9, B-6000 Charleroi (Ransart) (BE)

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 02 Mars 1999
PAR DELEGATION SPECIALE :


L. WUYTS
CONSEILLER

“Procédé de recuit d’un substrat métallique au défilé.”

La présente invention est relative à un procédé de recuit continu d’un substrat métallique au défilé, notamment d’une tôle d’acier.

Les techniques de recuit en continu appliquées
5 actuellement suivant lesquelles les substrats à traiter sont soumis à des températures relativement élevées présentent différents inconvénients.

Ainsi, l’inertie thermique des installations pour la mise en oeuvre de ces procédés connus est très importante. La consommation en gaz réducteur nécessaire pour éviter l’oxydation des substrats est
10 élevée. Il est impossible d’obtenir, par une seule opération de recuit, un état de surface qui soit tel à permettre le dépôt d’une couche ultérieure, de sorte qu’en général une étape supplémentaire de décapage est nécessaire. Etant donné que dans les installations de recuit connues on fait usage de tubes radiants comme moyens de chauffage, ces
15 installations sont d’une taille importante et provoquent, de plus, des coûts d’entretien élevés. Pour le recuit de substrats ferromagnétiques, lorsqu’on fait usage d’un chauffage par induction à moyenne fréquence, on est limité à des températures en dessous de la température de Curie. Enfin, le système de chauffage en moyenne et haute fréquences
20 présente un mauvais rendement énergétique.

Un des buts essentiels de la présente invention consiste à proposer un procédé qui permet de remédier aux inconvénients précités et qui, de plus, permet d’associer, à une étape de recristallisation à haute vitesse et à température appropriée, une préparation de la
25 surface, de sorte que celle-ci permet le dépôt d’une couche ultérieure de

inition sans qu'il soit nécessaire de soumettre cette surface à une opération supplémentaire de décapage, par exemple.

A cet effet, suivant l'invention, on réalise le recuit au moyen de décharges par plasma.

5 Avantageusement, ce recuit est effectué à une pression comprise entre 10^{-4} et 100 Torr.

Plus particulièrement, suivant l'invention, on établit les décharges précitées entre le substrat et une contre-électrode d'une manière telle à dissiper la puissance électrique provenant des
10 décharges dans le substrat.

Suivant une forme de réalisation préférentielle, on réalise le recuit soit en atmosphère réductrice, par exemple en présence d'hydrogène, de méthane, d'un mélange azote-hydrogène ou encore d'un mélange argon-hydrogène, soit en atmosphère oxydante, soit en
15 atmosphère oxydante suivie d'une atmosphère réductrice.

Suivant une autre forme de réalisation préférentielle du procédé selon l'invention, on fait usage d'une décharge de type magnétron, le substrat étant à la cathode et la pression des gaz pendant le recuit étant comprise entre 0,001 Torr et 1 Torr.

20 D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description, donnée ci-après, à titre d'exemple non limitatif, d'une forme de réalisation particulière du procédé suivant l'invention avec référence à la figure unique annexée, qui est une représentation schématique d'une installation pour la mise en oeuvre du procédé
25 suivant l'invention.

Dans la description donnée ci-après, les chiffres de référence se rapportent à cette figure.

L'invention concerne, d'une façon générale, un procédé de recuit d'un substrat métallique au défilé qui est de préférence constitué
30 d'une tôle d'acier 1 se déplaçant d'une manière sensiblement continue à

travers une chambre de recuit 2 dans laquelle on réalise le recuit au moyen de décharges par plasma.

Cette chambre 2 est constituée d'une enceinte fermée dans laquelle règne une pression qui est généralement comprise entre 10^{-4} et
5 100 Torr.

Les décharges sont établies entre la tôle 1, lors de son passage à travers cette chambre 2, et une contre-électrode 3, d'une manière telle à dissiper la puissance électrique provenant des décharges dans cette tôle 1 et ainsi donc à créer le recuit. On obtient
10 ainsi une recristallisation à haute vitesse, ce qui permet d'obtenir des grains relativement fins, par exemple, pour la production d'acier de haute résistance.

Il s'agit donc en fait d'un procédé de pulvérisation cathodique ("sputtering") au cours duquel la tôle est bombardée par des
15 ions en provenance d'un plasma 4 permettant un chauffage rapide et uniforme et, en même temps, un décapage de la surface de celle-ci.

Suivant l'invention, le plasma peut être créé en courant continu, la tôle formant alors la cathode, ou en courant alternatif.

Dans ce dernier cas, on fait usage d'une contre-électrode 3
20 s'étendant dans la chambre de recuit 2, en regard de la tôle 1, et présentant une surface dirigée vers la tôle dont la superficie est supérieure à celle de la partie de la tôle lui faisant face, afin de maintenir une auto-polarisation négative de cette dernière.

Comme dans le procédé classique de pulvérisation cathodique, la décharge peut éventuellement être réalisée en présence
25 de champs d'induction magnétiques grâce à la présence d'aimants 5 à proximité de la tôle 1 et du côté opposé de celle-ci par rapport à la contre-électrode 3.

Les densités de puissance dissipées par face sur la tôle
30 d'acier 1 sont typiquement comprises entre 1 W/cm^2 et 500 W/cm^2 , alors

que les vitesses de défilement de cette tôle sont généralement comprises entre 1 m/min et 1500 m/min.

La montée en température a lieu dans la zone de la tôle où se fait la dissipation de puissance, tandis que la vitesse de montée en
5 température dépend de l'adaptation de la densité de puissance utilisée, de la vitesse de ligne ainsi que de l'épaisseur de la tôle et de sa capacité calorifique.

Dans certains cas, il peut être utile d'introduire un palier de stabilisation en température dans le cycle de recuit. Ceci peut, par
10 exemple, être obtenu en prévoyant dans la chambre de recuit 2 une zone où la tôle défile librement sous une pression réduite. Il suffit, par exemple, dans un tel cas, de prévoir un compartiment 6 quelque peu isolé de celui où a lieu la création du plasma. A cet égard, il y a lieu de noter qu'à pression réduite, les pertes thermiques par conduction sont
15 limitées et les pertes par radiation peuvent être restituées à la tôle au moyen de réflecteurs ou par des moyens de chauffage d'appoint radiants.

Dans d'autres cas encore, il peut être utile de refroidir la tôle 1 dans la chambre de recuit 2, donc sous pression réduite, par
20 exemple en faisant passer la tôle sur des cylindres de refroidissement 7. Ainsi, toujours dans la chambre de recuit 2, on peut encore, si nécessaire, envisager de revêtir la tôle 1 par un film de finition ou de protection, par exemple, par un procédé de dépôt PVD ("physical vapor deposition), PECVD ("plasma enhanced chemical vapor deposition") ou
25 encore par un procédé CVD ("Chemical vapor deposition") à l'aide d'un dispositif de dépôt sous vide 8.

La tôle ainsi traitée peut quitter la chambre de recuit 2 à une température compatible avec la fin du procédé métallurgique.

Signalons encore que le recuit peut être réalisé en
30 atmosphère réductrice, par exemple en présence d'hydrogène, de

méthane, d'un mélange azote-hydrogène ou encore d'un mélange argon-hydrogène. Si nécessaire, un prénettoyage plasma peut être effectué en atmosphère oxydante, par exemple pour éliminer des huiles présentes après une étape de laminage. Cette atmosphère oxydante peut être
 5 formée d'un mélange d'argon-oxygène contenant éventuellement du CF_4 et pourrait être suivie d'une atmosphère réductrice

Ci-après sont donnés quelques exemples de réalisation pratiques permettant d'illustrer davantage le procédé suivant l'invention.

Exemple 1 : Traitement d'une tôle d'acier laminée à froid non

10 **revêtue au défilé**

Vitesse de ligne :	200 m/min
Largeur de bande :	1000 mm
Epaisseur de bande:	1 mm
Température d'entrée de recuit :	20°C
Température max. de recuit (plateau)	700°C
Temps de maintien :	30s
Vitesse de refroidissement (jusqu'à 20°C)	50°C/s

Dans ces conditions, la zone de montée en température était limitée à 10 m de long pour une puissance utile de 10 MW, créant ainsi une vitesse de montée en température de l'ordre de 224°C/s. La
 15 zone de maintien en température nécessitait une longueur utile de 100 m. Le tôle était disposée en accordéon, ce qui permettait une minimisation des pertes thermiques. Par ailleurs, on a fait usage de cylindres de refroidissement de longueur développée utile de l'ordre de 2,5 m, de sorte qu'il a fallu 20 cylindres pour revenir à la température
 20 ambiante. Après le sas de sortie, la tôle a été enroulée sous forme de bobine.

Exemple 2 : Traitement d'une tôle de fer blanc

Vitesse de ligne :	800m/min
--------------------	----------

Largeur de bande :	1000 mm
Epaisseur de bande:	0,18 mm
Température d'entrée de recuit :	20°C
Température max. de recuit (pas de maintien)	600°C
Vitesse de refroidissement (jusqu'à 20°C)	6°C/s

Dans ces conditions la zone de montée en température a été limitée à 7 m de long pour une puissance utile de 10 MW, créant ainsi une vitesse de montée en température de l'ordre de 1200°C/s. La

5 tôle a subi un refroidissement de 600°C à 420°C à une vitesse de 6°C/s, ce qui a nécessité un refroidissement de 400 m. Le refroidissement a été assuré par Jet cooling après le sas de sortie sous atmosphère contrôlée. Ensuite, la tôle a été étamée ou passivée.

Exemple 3 : Traitement d'une tôle pour galvanisation au trempé

Vitesse de ligne :	140 m/min
Largeur de bande :	1000 mm
Epaisseur de bande:	1 mm
Température d'entrée de recuit :	20°C
Température max. de recuit (plateau)	800°C
Temps de maintien :	20s
Vitesse de refroidissement (jusqu'à 500°C)	100°C/s

10 Dans ces conditions, la zone de montée en température a été limitée à 7 m de long pour une puissance utile de 10 MW, créant ainsi une vitesse de montée en température de l'ordre de 260°C/s. La zone de maintien en température nécessitait une longueur utile de 47 m.

Aussi, la tôle a été disposée en accordéon pour permettre la

15 minimisation des pertes thermiques. La tôle a subi un refroidissement de 800°C à 500°C à une vitesse de 100°C/s, ce qui a nécessité une longueur utile de refroidissement de 7 m sur des cylindres de refroidissement (3 cylindres de 2,5 m de longueur utile développée).

- 7 -

Après la sortie de l'installation via le sas, la tôle a été plongée dans un bain de zinc liquide à 490°C, essorée et refroidie.

Une alternative consistait à refroidir la tôle jusqu'à 100°C, ce qui a nécessité 3 cylindres de refroidissement supplémentaires, et à
5 la revêtir immédiatement d'un film de protection ou de finition sans revenir à la pression atmosphérique par évaporation sous vide (par exemple par sputter-évaporation). Après le sas de sortie, la tôle a été SKIN passée, huilée et enroulée.

Il est bien entendu que l'invention n'est pas limitée aux
10 formes de réalisation décrites ci-dessus et que bien des variantes peuvent être envisagées sans sortir du cadre de la présente invention, notamment en ce qui concerne la création du plasma de recuit, le confinement magnétron qui, à pression relativement élevée, pourrait être omis, la cathode, qui peut être une cathode creuse formée par la tôle se
15 déplaçant en zig-zag ou en accordéon.

Par ailleurs, le procédé n'est pas limité au traitement de tôles d'acier mais peut convenir pour tout autre type de métal nécessitant un recuit associé éventuellement à un traitement de surface.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de recuit d'un substrat métallique au défilé, notamment d'une tôle d'acier, caractérisé en ce que l'on réalise le recuit au moyen de décharges par plasma.

5 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on effectue le recuit précité à une pression comprise entre 10^{-4} et 100 Torr.

 3. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on établit les décharges précitées entre le
10 substrat et une contre-électrode d'une manière telle à dissiper la puissance électrique provenant des décharges dans le substrat.

 4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on crée le plasma en courant continu, le substrat formant alors une cathode.

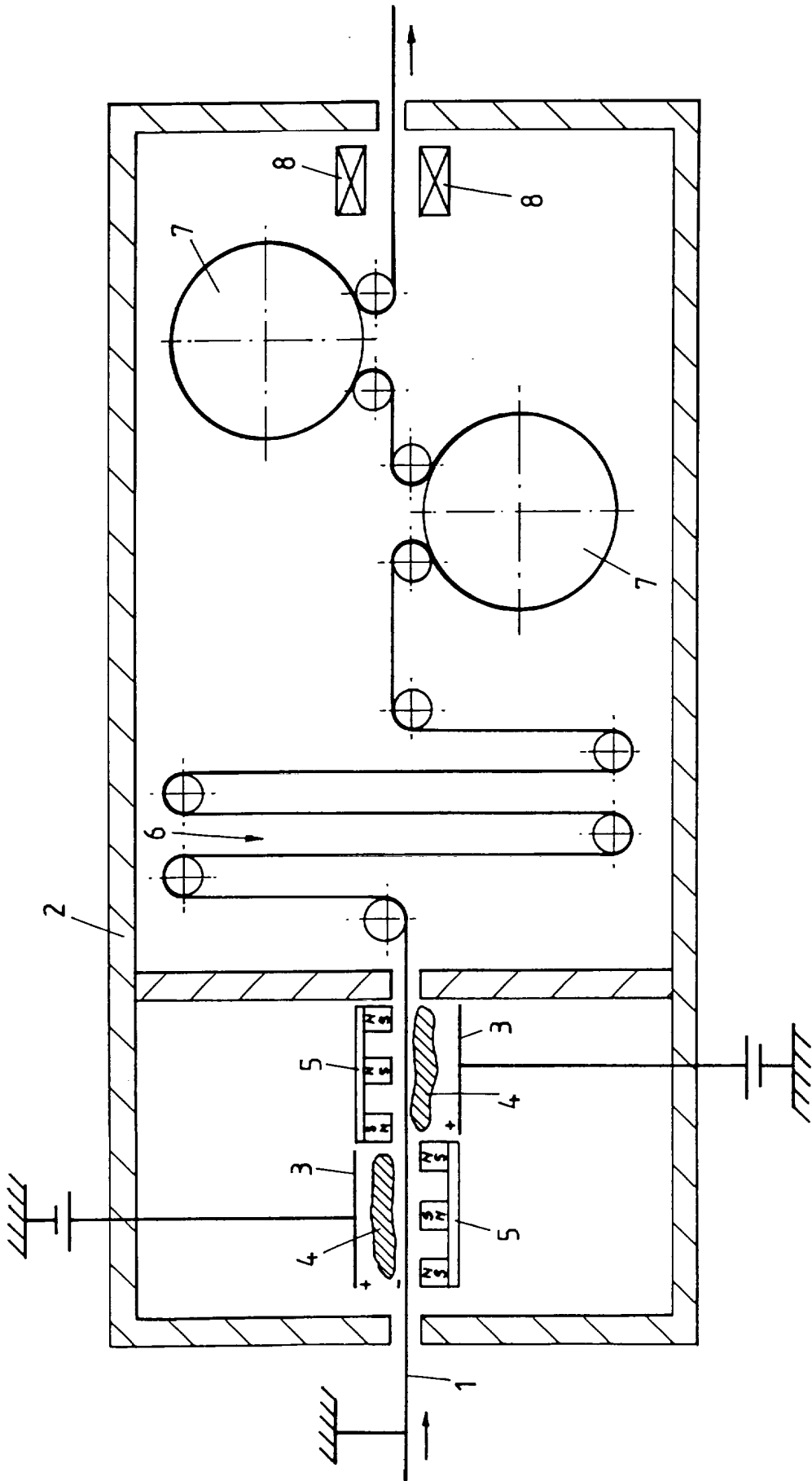
15 5. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on crée le plasma en courant alternatif en faisant usage d'une contre-électrode s'étendant en regard du substrat et présentant, dans un volume déterminé, une surface dirigée vers le substrat, dont la superficie est supérieure à celle de la partie du substrat présente dans ce volume,
20 afin de maintenir une auto-polarisation négative de cette dernière.

 6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on réalise les décharges en présence de champs d'induction magnétiques.

 7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à
25 6, caractérisé en ce que l'on réalise le recuit soit en atmosphère réductrice, par exemple en présence d'hydrogène, de méthane, d'un mélange azote-hydrogène ou encore d'un mélange argon-hydrogène, soit en atmosphère oxydante, soit en atmosphère oxydante suivie d'une atmosphère réductrice.

8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on fait défiler le substrat à une vitesse comprise entre 1 m/min et 1500 m/min.

5 9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'on fait usage d'une décharge de type magnétron, le substrat étant à la cathode et la pression étant comprise entre 0,001 et 1 Torr.



TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

Rapport de recherche de type international
établi en vertu de l'article 21 § 9
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE	RÉFÉRENCE DU DÉPOSANT OU DU MANDATAIRE V 333.327
Demande nationale belge n° 9700125	Date du dépôt 11 février 1997
	Date de priorité revendiquée
Déposant (nom) RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT DU GROUPE COCKERILL SAMBRE	
Date de requête de la recherche de type international -- --	Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale SN 28678 BE
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous)	
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB Int. cl. 6: C 21 D 1/38, C 21 D 9/56, // C 23 C 14/02, C 21 D 1/773	
II. DOMAINES RECHERCHES	
<u>Documentation minimale consultée</u>	
Système de classification	Symboles de la classification
Int. cl. 6	C 21 D, C 23 C
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés	
III. <input type="checkbox"/> IL A ÉTÉ ESTIMÉ QUE CERTAINES REVENDEICATIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	
IV. <input type="checkbox"/> ABSENCE D'UNITÉ DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE A L'ETENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 9700125

 A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
 CIB 6 C21D1/38 C21D9/56

//C23C14/02,C21D1/773

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)

CIB 6 C21D C23C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 3 146 336 A (D.P. WHITACRE) 25 Août 1964 voir colonne 1-2; revendication 5; figures	1
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 002, no. 085 (C-017), 12 Juillet 1978 & JP 53 045612 A (KOBE STEEL LTD), 24 Avril 1978, voir abrégé	1
X	--- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 004, 31 Mai 1995 & JP 07 018465 A (KAWASAKI STEEL CORP), 20 Janvier 1995, voir abrégé	1
A	--- EP 0 461 011 A (UGINE ACIERS) 11 Décembre 1991 --- -/--	

 Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

 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 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, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt 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

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

17 Octobre 1997

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

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, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

MOLLET, G

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 9700125

C.(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 560 526 A (EL PLASMA LTD) 15 Septembre 1993 ---	
A	LU 87 547 A (CENTRE RECH METALLURGIQUE) 26 Octobre 1989 ---	
A	DE 37 23 865 A (SANDO IRON WORKS CO) 28 Janvier 1988 ---	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 001, 28 Février 1995 & JP 06 279843 A (NIPPON STEEL CORP), 4 Octobre 1994, voir abrégé -----	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n
BE 9700125

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3146336 A	25-08-64	AUCUN	
EP 0461011 A	11-12-91	FR 2662708 A CA 2043793 A	06-12-91 06-12-91
EP 0560526 A	15-09-93	AU 677214 B BR 9303638 A CA 2105423 A IL 101131 A IL 101610 A AT 129937 T AU 4607793 A DE 69300749 D DE 69300749 T ES 2083248 T JP 7268660 A US 5393575 A US 5496459 A	17-04-97 05-04-94 03-03-95 31-12-95 08-12-95 15-11-95 30-03-95 14-12-95 13-06-96 01-04-96 17-10-95 28-02-95 05-03-96
LU 87547 A	26-10-89	BE 1002457 A	19-02-91
DE 3723865 A	28-01-88	JP 1842376 C JP 63027536 A JP 1859200 C JP 63027537 A JP 63028967 A US 4829189 A	12-05-94 05-02-88 27-07-94 05-02-88 06-02-88 09-05-89