

ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1001294A6

NUMERO DE DEPOT : 8701418

Classif. Internat.: C21D

Date de délivrance : 19 Septembre 1989

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 03 Décembre 1987 à 10h35
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES -
CENTRUM VOOR RESEARCH IN DE METALLURGIE Association sans but lucratif - vereniging
zonder winstoogmerk
rue Montoyer 47, 1040 Bruxelles(BELGIQUE)

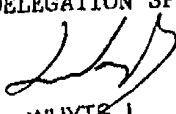
représenté(e)s par : LACASSE Lucien, CENTRE DE RECHERCHES METALLURGIQUES
A.S.B.L., Rue Ernest Solvay, 11 - 4000 LIEGE.

un brevet d' invention d' une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes
annuelles, pour : PROCEDE DE CONDUITE D'UN TRAITEMENT DE RECUIT-BASE D'UNE BANDE
D'ACIER.

INVENTEUR(S) : Chatelain Bruno, rue Laport 14, 4000 Liege(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) demandeur(s).

Bruxelles, le 19 Septembre 1989
PAR DELEGATION SPECIALE :


WUYTS L
Directeur

Procédé de conduite d'un traitement de recuit-base d'une bande d'acier.

La présente invention concerne un procédé de conduite d'un traitement de recuit-base d'une bande d'acier enroulée en bobine, en vue d'améliorer la propreté de surface et en particulier pour réduire la pollution superficielle en carbone de cette bande d'acier. L'invention 5 vise plus particulièrement un traitement de recuit effectué sous une atmosphère à haute teneur en hydrogène.

Dans la présente demande, on utilisera le terme "bande" pour désigner le produit enroulé en bobine, tandis que le terme "tôle" sera réservé 10 aux produits de dimensions plus petites, tirés d'une bande.

La tôle d'acier, et plus spécialement la tôle mince laminée à froid, est actuellement utilisée dans de nombreux domaines du secteur des fabrications métalliques, par exemple pour la réalisation de boîtiers 15 pour des appareils électriques ou électroménagers et pour la construction de mobilier métallique. Un autre domaine important d'application de la tôle d'acier est celui de l'industrie automobile et plus précisément celui de la fabrication des carrosseries de véhicules automobiles.

Ce dernier secteur manifeste actuellement un intérêt croissant à l'égard des tôles propres, c'est-à-dire des tôles présentant une chimie de surface, et en particulier une pollution superficielle en carbone, compatible avec les traitements de phosphatation-peinture appliqués par les utilisateurs. Pour fixer les idées, la présente description sera, à titre de simple exemple, consacrée à une opération de recuit d'une bande d'acier destinée à la fabrication de tôles de carrosserie automobile.

10 Au cours de leur utilisation, les tôles de carrosserie automobile sont soumises à des sollicitations très diverses, parmi lesquelles l'exposition à une large variété de conditions atmosphériques. La durée de vie de ces tôles à l'état peint dépend largement de leur résistance à la corrosion atmosphérique. A cet égard, on sait également que la
15 résistance à la corrosion des tôles d'acier phosphatées et peintes est d'autant plus élevée que le degré de pollution superficielle de ces tôles est plus faible.

On rappellera que cette pollution superficielle est essentiellement
20 provoquée par le carbone provenant des huiles d'enduction et de laminage à froid et dont une partie subsiste sur la surface de la bande d'acier après le recuit de recristallisation. On constate la présence de cette pollution sur les bandes recuites en bobines à spires serrées, quels que soient le type de laminoir à froid considéré et le
25 système de lubrification utilisé, avec ou sans nettoyage de la bande au moyen d'une solution détergente lors de la dernière étape de laminage.

Afin de garantir à ces tôles une résistance à la corrosion suffisante,
30 les utilisateurs ont déterminé une limite supérieure de la pollution superficielle en carbone, qui s'élève actuellement à 7 mg de carbone par mètre carré et par face de la tôle. Pour respecter ce critère de propreté superficielle, il convient donc de maîtriser l'élimination, au cours du recuit de recristallisation, de l'ensemble des résidus
35 hydrocarbonés présents sur la bande d'acier à la sortie du laminoir à froid.

Dans certains cas, le problème peut être résolu en soumettant la bande d'acier à une opération de recuit en continu; ce procédé utilise un traitement de dégraissage alcalin avant le recuit, afin d'éliminer les résidus d'huiles présents sur la bande. Cette solution n'est cependant pas toujours applicable. Actuellement, certaines qualités de bandes d'acier pour tôles de carrosserie, notamment, doivent être recuites en bobines à spires serrées, sous une atmosphère protectrice, tant pour des raisons métallurgiques que parce que de nombreux producteurs ne disposent pas d'installations de recuit continu.

10

De manière très schématique, le recuit de recristallisation d'une bobine à spires serrées comprend une étape de chauffage jusqu'à une température de recuit prédéterminée, une étape de maintien à cette température pendant une durée appropriée et une étape de refroidissement. Les valeurs des températures, des durées ainsi que des vitesses de chauffage et de refroidissement sont imposées par le traitement métallurgique correspondant à chaque type de produit. A titre indicatif, la température de recuit est en général comprise entre 650°C et 750°C; elle doit être au moins égale à la température de recristallisation de l'acier considéré.

Il est de pratique courante d'effectuer ce recuit de recristallisation sous une atmosphère protectrice légèrement réductrice pour éviter tout risque d'oxydation de la bande. A cet effet, on utilise généralement une atmosphère du type HNX, constituée essentiellement d'azote et d'environ 5 % d'hydrogène.

Pendant l'étape de chauffage de la bande enroulée en bobine jusqu'à la température de recuit désirée, les résidus hydrocarbonés subissent une distillation ou un craquage thermique qui provoque un dégagement de fumées de distillation. Ces fumées contiennent des composés carbonés gazeux, qui assurent ainsi l'élimination d'une partie du carbone de ces résidus hydrocarbonés; le reste du carbone demeure sur la surface de la bande, sous forme notamment de suies ou de graphite. Pour évacuer les fumées de distillation, on renouvelle l'atmosphère pro-

30
35

tectrice par une circulation continue pendant la période correspondant à la distillation des résidus hydrocarbonés. Lorsque cesse le dégagement des fumées de distillation, on diminue la circulation de l'atmosphère protectrice pendant une période qui s'étend approximativement jusqu'à la fin de l'étape de maintien à température; on interrompt ensuite cette circulation de manière à maintenir l'atmosphère protectrice stationnaire jusqu'à la fin du traitement, à l'exception d'un faible débit assurant une légère surpression dans le four afin d'éviter toute entrée d'air extérieur. Cette technique connue laisse cependant subsister à la surface de la bande le carbone qui n'a pas été éliminé sous forme gazeuse. Elle nécessite en outre de longues durées de traitement, et les propriétés mécaniques de la bande d'acier ne sont pas toujours homogènes, notamment au sein d'une même bobine.

15

Il est apparu récemment un procédé de recuit de ce même type, dans lequel cependant l'atmosphère protectrice HNX classique est remplacée par de l'hydrogène pur. L'utilisation de l'hydrogène permet d'assurer un meilleur échange thermique entre la paroi chaude du four et la bobine en cours de recuit, en raison de la meilleure convection réalisable avec ce gaz. Pour l'utilisateur, il en résulte une plus grande homogénéité thermique dans la bobine et donc une meilleure homogénéité des propriétés mécaniques pour des prélèvements effectués en plusieurs endroits de la bobine. En outre, les temps de recuit peuvent être nettement raccourcis, ce qui augmente le rendement des fours. Ici également, l'hydrogène est renouvelé par circulation continue au cours de la période initiale correspondant à la distillation des résidus hydrocarbonés; la circulation est ensuite réduite, puis interrompue et l'atmosphère d'hydrogène reste alors stationnaire. Ce procédé permet d'améliorer sensiblement la situation en ce qui concerne la propreté de surface de la bande d'acier; les résultats obtenus présentent néanmoins une dispersion assez importante.

30

La présente invention propose un procédé qui permet d'améliorer encore la propreté de surface de la bande d'acier en abaissant la pollution superficielle en carbone à des niveaux qui ne peuvent pas être atteints par les procédés antérieurs, et de remédier aux inconvénients 5 précités tout en profitant des avantages liés à l'utilisation d'une atmosphère d'hydrogène pur.

Le procédé de la présente invention est basé sur une observation que le demandeur a faite au cours de ses travaux relatifs à l'amélioration 10 de la propreté superficielle des bandes d'acier laminées à froid. Il a en effet constaté, de manière inattendue, qu'il se produisait un important dégagement de CH_4 pendant l'étape de maintien de la bande d'acier à la température de recuit. Cette constatation est d'autant plus surprenante qu'à ce moment, la distillation des résidus 15 hydrocarbonés est terminée.

Ce phénomène qui n'avait jamais été observé antérieurement, semble être la conséquence d'une réaction de l'hydrogène avec le carbone demeurant sur la surface de la bande après la distillation des rési- 20 dus hydrocarbonés.

L'auteur de la présente invention a alors eu l'idée originale d'assurer une élimination contrôlée de ce CH_4 par une politique de débit appropriée afin d'améliorer encore la propreté superficielle de la 25 bande.

Conformément à la présente invention, un procédé de conduite d'un traitement de recuit d'une bande d'acier non dégraissée enroulée en bobine, sous une atmosphère protectrice contenant de l'hydrogène, 30 ledit traitement de recuit comprenant successivement une étape de chauffage de la bande jusqu'à la température de recuit, une étape de maintien de la bande à cette température de recuit et une étape de refroidissement de la bande, et dans lequel on fait circuler ladite atmosphère protectrice pendant la période correspondant à la 35 distillation des résidus hydrocarbonés présents à la surface de la

bande d'acier, est caractérisé en ce que l'on provoque une circulation de l'atmosphère protectrice après ladite période de distillation et au moins jusqu'au début de l'étape de refroidissement.

5 Par les expressions "faire circuler" et "circulation" de l'atmosphère protectrice utilisées dans la présente demande, il faut comprendre que l'on alimente le four de recuit en atmosphère protectrice fraîche à partir d'une source appropriée et que l'on extrait du four de recuit l'atmosphère protectrice usée. Une telle circulation
10 est de préférence assurée en permanence pendant les périodes précitées.

Selon une mise en oeuvre particulière de l'invention, on n'interrompt pas la circulation de l'atmosphère protectrice à la fin de ladite
15 période de distillation des résidus hydrocarbonés.

Selon une autre caractéristique du procédé de l'invention, on interrompt la circulation de l'atmosphère protectrice au début de l'étape de refroidissement, en cessant d'extraire l'atmosphère protectrice
20 usée sans interrompre l'alimentation en atmosphère protectrice fraîche.

Le procédé de l'invention peut être appliqué avec toute atmosphère protectrice contenant de l'hydrogène, telle qu'une atmosphère HNX. Il
25 s'est cependant avéré particulièrement intéressant dans le cas où l'on utilise une atmosphère protectrice constituée d'hydrogène pur ou pratiquement pur.

D'autres particularités et avantages de l'invention apparaîtront à la
30 lecture de la description qui va suivre et qui est consacrée à un exemple de mise en oeuvre de ce procédé. Cette description est illustrée par les dessins annexés, dans lesquels la

Fig. 1 est un diagramme montrant l'évolution de la température du four (Tr) et de la température des bobines d'acier (Tm) au cours
35 d'un traitement de recuit de recristallisation; la

Fig. 2 montre l'évolution de la teneur en CH_4 de l'atmosphère protectrice pendant le recuit de la Fig. 1, dans des conditions conformes à la technique antérieure; et la

5 Fig. 3 montre l'évolution de la teneur en CH_4 de l'atmosphère protectrice pendant un traitement de recuit identique à celui de la Fig. 1, dans des conditions conformes à la présente invention.

Le présent exemple se rapporte à deux traitements de recuit de recristallisation de trois bobines de bande d'acier laminée à froid. Les
10 bandes étaient en acier doux pour emboutissage, calmé à l'aluminium et coulé en continu. Ces bandes, d'une largeur de 1200 mm et d'une épaisseur de 0,8 mm, constituaient une charge de 60 t, placée dans un four monopile.

15 Les deux cycles de recuit sont identiques et sont illustrés dans la Fig. 1; ils comprennent une étape I de chauffage jusqu'à une température d'environ 700°C en une durée d'environ 15 h, suivie d'une étape II de maintien à cette température également pendant environ 15 h. Enfin, les bandes sont refroidies lentement jusqu'à la température
20 ambiante (étape III). La courbe T_r illustre la température du four, réglée par le dispositif de régulation; la courbe T_m illustre l'évolution de la température du métal, c'est-à-dire des bobines empilées dans le four.

25 L'atmosphère protectrice était mise en circulation, au sens indiqué plus haut, avec un débit initial constant de 15 m³/h mais qui était ramené à 5 m³/h après environ 25 h, maintenu à nouveau constant à ce niveau pendant environ 5 h puis annulé pendant la fin du traitement.

30 Pendant l'étape de chauffage (I), les résidus d'huiles de laminage présents à la surface des bandes subissent une distillation sensiblement entre 350°C et 700°C. Il en résulte un dégagement de fumées de distillation qui se composent de diverses substances organiques et notamment de CH_4 . Ce dégagement se traduit dans le
35 diagramme de la Fig. 2 par une pointe de concentration en CH_4 , de l'ordre de 1 % en volume, après environ 10 h de chauffage. Du fait du

balayage assuré par l'atmosphère en circulation, cette concentration redevient sensiblement nulle après environ 15 h; cette situation correspond à la fin du dégagement des fumées de distillation. L'opinion généralement admise considère qu'à partir de ce moment, 5 l'atmosphère protectrice est constituée exclusivement d'hydrogène, selon le tracé de la courbe (a).

Jusqu'à ce point, le processus est connu et correspond à la technique antérieure, selon laquelle l'alimentation en hydrogène est réduite 10 puis interrompue et où l'atmosphère protectrice est pratiquement stationnaire après la fin de la période de distillation.

Conformément à l'observation inattendue qui est à la base de la présente invention, l'évolution réelle de la composition de 15 l'atmosphère protectrice est indiquée par la courbe (b) de la Fig. 2. Cette courbe révèle une teneur en CH_4 importante, qui se maintient pendant une longue période; dans ce cas, le maximum atteint 13 % en volume et la présence de CH_4 se prolonge pendant plus de 30 heures.

20 Contrairement à la technique connue, le procédé de l'invention enseigne de poursuivre la circulation de l'hydrogène sans diminution au-delà de la cessation du dégagement des fumées de distillation et jusqu'à la fin de l'étape II de maintien à température.

25 En application du procédé de l'invention, on a opéré avec un débit initial de $10 \text{ m}^3/\text{h}$, que l'on a maintenu sans diminution pendant environ 30 h, et on l'a interrompu à ce moment, qui correspond au passage de l'étape II de maintien à température à l'étape III de refroidissement lent. L'arrêt de la circulation de l'atmosphère protectrice 30 a été obtenu par la fermeture du dispositif d'extraction de l'atmosphère usée. Comme on l'a indiqué plus haut, cet arrêt n'est pas absolu puisque l'on maintient toujours un léger débit assurant une faible surpression qui évite les entrées d'air. Il est par ailleurs préférable de ne pas interrompre complètement l'alimentation, car en 35 se refroidissant, l'atmosphère protectrice se contracte et provoque

dans le four une dépression qui pourrait entraîner l'aspiration d'air si cette alimentation était coupée totalement.

Ces opérations se traduisent dans le diagramme de la Fig. 3 par une augmentation de la teneur en CH_4 dans l'atmosphère du four, cette augmentation conduisant toutefois à des teneurs en CH_4 nettement moins élevées que dans le cas de la technique antérieure. En raison de la vitesse limitée des réactions, la teneur en CH_4 continue à augmenter pendant plusieurs heures après l'arrêt de la circulation de l'hydrogène; elle passe par un maximum à environ 40 h, puis elle diminue rapidement par suite du balayage assuré par le débit de sécurité. Il faut noter que le maximum est moins élevé que dans le cas de la Fig. 2. De plus, le CH_4 est évacué en une période plus courte, ce qui favorise l'élimination du carbone de la surface de la bande.

15

Les débits d'hydrogène peuvent être réglés en fonction du degré de propreté superficielle recherché. De même, il ne sortirait pas du cadre de l'invention, de prolonger la circulation de l'hydrogène pendant au moins une partie de l'étape de refroidissement, ce qui pourrait encore améliorer la propreté superficielle. Actuellement cependant, une telle opération est rendue difficile en raison de problèmes technologiques liés notamment à l'étanchéité des bases de recuit.

25 Dans les conditions de l'exemple qui vient d'être décrit, le procédé de l'invention a permis d'abaisser le degré de pollution en carbone de la surface des bandes à des niveaux compris entre 1 et 2 mg/m^2 c'est-à-dire à des niveaux comparables à ceux que permet le recuit en continu. Ce faible degré de pollution superficielle est sensiblement uniforme à la surface des bandes et il conduit à de remarquables niveaux de résistance à la corrosion atmosphérique des tôles phosphatées et peintes.

30

08701418

REVENDEICATIONS

1. Procédé de conduite d'un traitement de recuit d'une bande d'acier non dégraissée enroulée en bobine, sous une atmosphère protectrice contenant de l'hydrogène, ledit traitement de recuit comprenant successivement une étape de chauffage de la bande jusqu'à la température 5 de recuit, une étape de maintien de la bande à cette température de recuit et une étape de refroidissement de la bande, et dans lequel on fait circuler ladite atmosphère protectrice pendant la période correspondant à la distillation des résidus hydrocarbonés présents à la surface de la bande, caractérisé en ce que l'on provoque une 10 circulation de l'atmosphère protectrice après ladite période de distillation, et au moins jusqu'au début de l'étape de refroidissement.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on 15 n'interrompt pas la circulation de l'atmosphère protectrice à la fin de ladite période de distillation des résidus hydrocarbonés.
3. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on interrompt la circulation de l'atmosphère 20 protectrice au début de l'étape de refroidissement, en cessant d'extraire l'atmosphère protectrice usée sans interrompre l'alimentation en atmosphère protectrice fraîche.
4. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on fait circuler l'atmosphère protectrice avec un 25 débit constant depuis le début du traitement de recuit au moins jusqu'au début de l'étape de refroidissement.
5. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise une atmosphère protectrice constituée 30 d'hydrogène pur ou pratiquement pur.

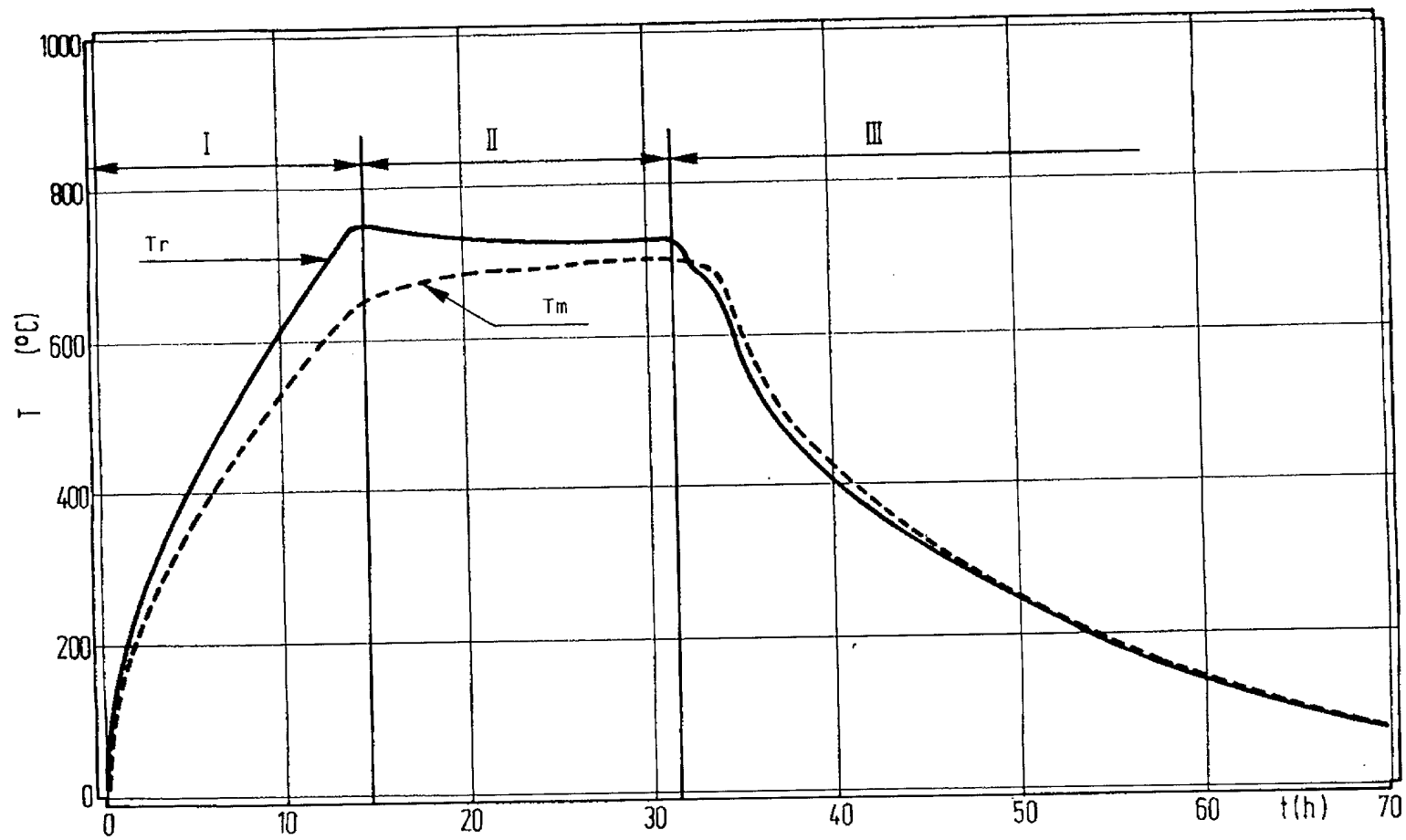


FIG. 1

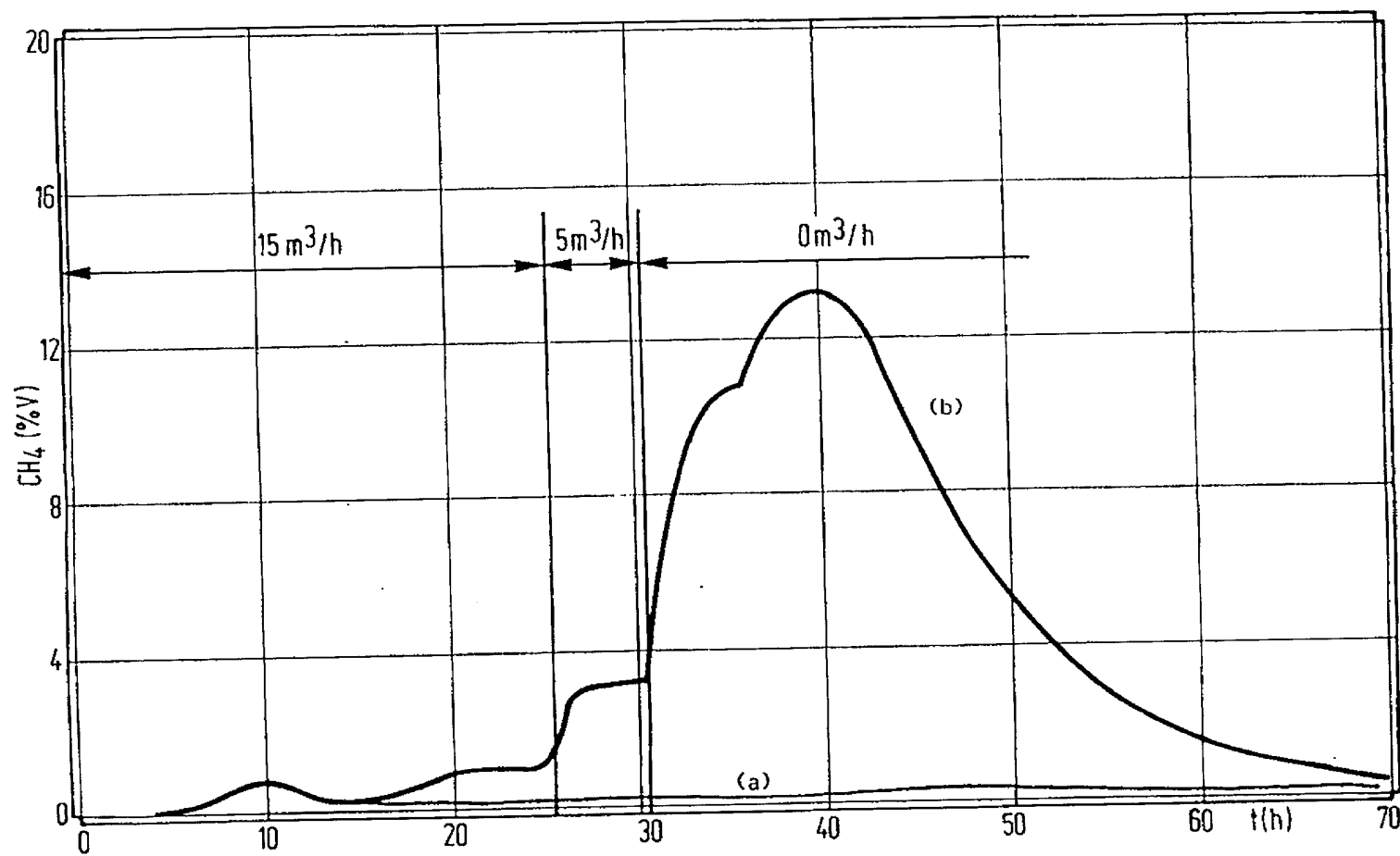


FIG. 2

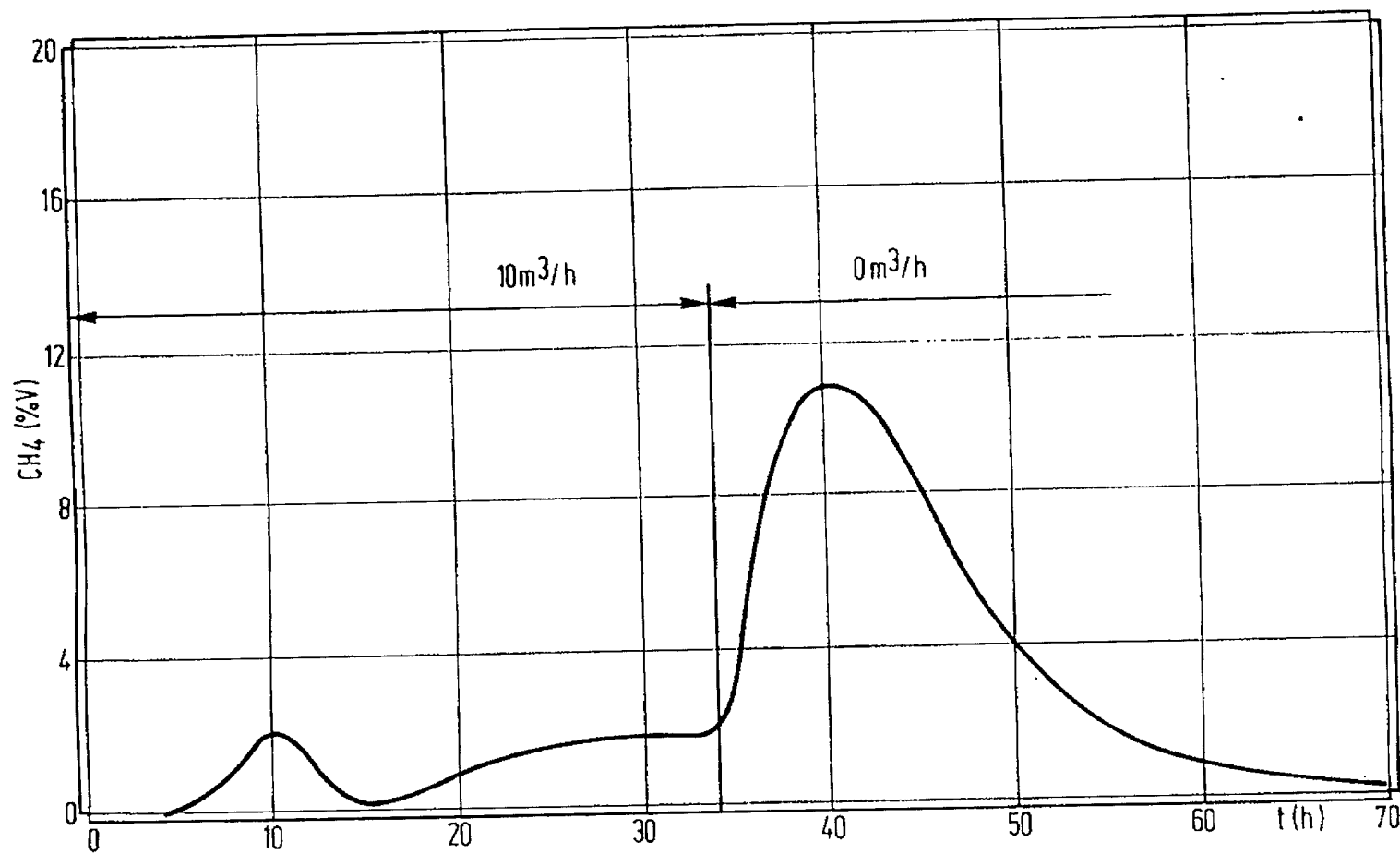


FIG. 3