ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

NUMERO DE PUBLICATION : 1005421A6

NUMERO DE DEPOT : 09100984

Classif. Internat. : C23C

Date de délivrance le : 20 Juillet 1993

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 23 Octobre 1991 à 10H00 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, B-1040 BRUXELLES(BELGIQUE)

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

un brevet d' invention d' une durée de 6 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE POUR DEPOSER EN CONTINU UN REVETEMENT MULTICOUCHE SUR UNE BANDE METALLIQUE.

INVENTEUR(S) : Paulus Philippe, rue Biche les Prés 13, B-4870 Trooz (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 20 Juillet 1993
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur

Procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche sur une bande métallique.

La présente invention concerne un procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche sur une bande métallique, en particulier une bande d'acier, dans lequel on forme au moins une des couches du revêtement par évaporation sous vide.

La technique du revêtement par évaporation sous vide, également appelée PVD (Physical Vapor Deposition), est connue depuis longtemps. Elle consiste à placer un objet à revêtir dans une enceinte sous vide et à vaporiser dans cette enceinte une matière de revêtement. Les vapeurs se déposent en se condensant sur les surfaces plus froides, et en particulier sur l'objet où elles forment le dépôt désiré.

L'utilisation de cette technique PVD pour le revêtement d'un produit métallique en continu a longtemps été handicapée par les inconvénients des sas d'entrée et de sortie de l'enceinte sous vide. En effet, dans les sas conventionnels, le produit passe dans des paires de rouleaux ou de frotteurs qui risquent de détériorer la surface du produit et qui ne peuvent pas assurer une étanchéité parfaite de l'enceinte.

Le présent demandeur a proposé récemment un nouveau type de sas d'étanchéité, qui assure une étanchéité parfaite de l'enceinte sous vide sans le moindre risque de détérioration de la surface du produit, quelles que soient par ailleurs la forme et les dimensions de ce produit. Ce nouveau sas d'étanchéité, qui est décrit dans le document BE-A-09100672, est constitué par un bain liquide formant siphon entre l'extérieur et l'intérieur de l'enceinte sous vide, la bande franchissant un sas de ce type à l'entrée et à la sortie de l'enceinte.

La présente invention est basée sur l'utilisation du bain liquide d'un tel sas d'étanchéité, en combinaison avec le dépôt par évaporation sous vide, pour déposer un revêtement multicouche sur un produit continu.

Conformément à la présente invention, un procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche sur une bande métallique, dans lequel on forme une couche dudit revêtement par évaporation sous vide dans une enceinte comportant un sas d'entrée et un sas de sortie, au moins un desdits sas comprenant un bain liquide formant siphon entre l'extérieur et l'intérieur de ladite enceinte sous vide, est caractérisé en ce que l'on dépose au moins une couche de revêtement métallique supplémentaire sur au moins une face de la bande en faisant passer celle-ci à travers au moins un desdits bains liquides, ledit bain liquide étant constitué par un métal de revêtement capable de mouiller et d'adhérer à ladite bande métallique.

Pour assurer une parfaite étanchéité de l'enceinte sous vide, il est préférable que le sas d'entrée et le sas de sortie soient tous deux équipés d'un bain liquide formant siphon. Les matières constituant ces deux bains liquides peuvent d'ailleurs être différentes; en particulier, elles peuvent être des métaux différents.

On peut envisager plusieurs variantes de mise en oeuvre du procédé de l'invention.

Dans une première variante, le bain liquide du sas d'entrée est composé d'un métal qui mouille la bande et qui y adhère, et qui peut dès lors former un revêtement sur celle-ci.

Dans ce cas, le bain de métal est maintenu à une température suffisante pour former le revêtement désiré, et la bande est avantageusement préchauffée, par tout moyen connu en soi, pour limiter le refroidissement du bain de métal.

Le métal de revêtement est alors un métal à bas point de fusion tel que l'étain, le cadmium, l'aluminium, le magnésium, le zinc ou un alliage de ceux-ci; il est maintenu à une température supérieure à son point de fusion.

A la sortie du bain de métal, la bande pénètre dans l'enceinte sous vide où on opère le dépôt par évaporation sous vide, puis la bande quitte l'enceinte sous vide en traversant le sas de sortie. Celui-ci peut être

constitué de toute manière connue en soi. Dans le cas où le sas de sortie comporte également un bain liquide formant siphon, ce bain ne mouille pas la bande revêtue par évaporation sous vide. Il sert donc essentiellement à assurer d'une part l'étanchéité de l'enceinte et d'autre part le refroidissement, au moins partiel, de la bande revêtue.

Dans une deuxième variante, le sas d'entrée est constitué par tout moyen connu en soi, éventuellement par un bain liquide qui, dans ce cas, ne mouille pas la bande; son rôle consiste donc essentiellement à assurer l'étanchéité de l'enceinte sous vide. La bande est de préférence préchauffée à une température appropriée pour le dépôt par évaporation sous vide; ce préchauffage peut être réalisé par tout moyen connu en soi, et en particulier, le cas échéant, par le passage à travers le bain du sas d'entrée, qui peut être maintenu à une température prédéterminée.

La bande éventuellement préchauffée subit ensuite le dépôt par évaporation sous vide dans l'enceinte, puis elle quitte celle-ci en passant à travers le bain liquide du sas de sortie.

Dans la présente variante, ce bain liquide de sortie est composé d'un métal qui mouille et adhère à au moins une face déjà revêtue de la bande, et qui peut donc former une couche supplémentaire sur cette face. Dans ce cas, le bain de métal est maintenu à une température suffisante pour former le revêtement désiré.

Le métal de revêtement est également un métal à bas point de fusion, tel que l'étain, le cadmium, l'aluminium, le magnésium, le zinc ou un alliage de ceux-ci, qui est maintenu à une température supérieure à son point de fusion.

La bande revêtue quittant le sas de sortie est ensuite refroidie de manière connue en soi jusqu'à la température ambiante.

Une troisième variante du procédé de l'invention consiste à utiliser des métaux de revêtement, éventuellement différents, dans le sas d'entrée et dans le sas de sortie de l'enceinte, et à déposer ainsi deux couches de

revêtement supplémentaires, respectivement avant et après le dépôt par évaporation sous vide.

Dans le cas où le métal de revêtement présente une tension de vapeur élevée, comme le zinc par exemple, il est préférable de ne pas l'exposer au vide. On réalise alors le siphon proprement dit avec un métal à faible tension de vapeur, par exemple du plomb, et on dépose un bain de zinc liquide sur le plomb, du côté de l'atmosphère. Cette disposition est illustrée dans la figure annexée. Le plomb et le zinc sont très peu miscibles à l'état liquide, de sorte que la teneur en zinc dans le plomb ne sera normalement pas supérieure à environ 2 %. Par ailleurs, le bain de zinc ainsi que le zinc contenu dans le plomb contiennent de préférence de 0,05 % à 6 % d'aluminium, afin de limiter la couche d'alliage fer-zinc; ils peuvent d'ailleurs contenir d'autres matières d'addition destinées à améliorer la qualité du revêtement.

Dans une quatrième variante, on dépose sous vide, sur une seule face de la bande, un revêtement qui n'est pas mouillé par le métal liquide du sas de sortie. Par contre, le métal du sas de sortie mouille et adhère à la face de la bande qui n'est pas revêtue sous vide. Il est ainsi possible de produire une bande portant des revêtements différents sur ses deux faces.

L'opération de dépôt par évaporation sous vide proprement dite peut être effectuée de manière connue en soi. On établit dans l'enceinte une pression inférieure à 10^{-1} hPa, et on y évapore le métal à déposer. On préchauffe la bande par tout moyen connu en soi, jusqu'à une température égale ou supérieure à 200°C, puis on l'introduit dans l'enceinte où il est mis en contact avec les vapeurs de métal. Celles-ci se condensent sur la bande, plus froide, où elles forment le revêtement désiré. Celui-ci peut cependant présenter une certaine porosité.

La présence d'une couche de revêtement avant le dépôt par évaporation sous vide peut favoriser l'adhérence de la couche de vapeurs condensées, et former sous celle-ci un film non poreux à la surface de la bande.

Par ailleurs, la présence d'une couche supplémentaire sur le dépôt de vapeurs condensées a pour effet de fermer les pores de celle-ci et d'améliorer la protection contre l'action d'agents agressifs.

Les exemples suivants illustrent des variantes du procédé de l'invention.

Exemple 1

On a réalisé un revêtement en deux couches suivant la deuxième variante précitée. Une bande d'acier a été chauffée à environ 400°C par passage dans un bain de plomb fondu à l'entrée d'une enceinte sous vide où régnait une pression inférieure à 10^{-1} hPa. Dans cette enceinte, la bande a été revêtue d'un alliage inoxydable Fe-Cr par évaporation sous vide. Ensuite, la bande revêtue a quitté l'enceinte en traversant, dans le sas de sortie, un bain d'aluminium contenant 2 % de fer, maintenu à une température de 720°C; elle a été essorée par des jets de gaz, puis refroidie jusqu'à la température ambiante.

La bande obtenue présente une remarquable résistance à la corrosion par les gaz d'échappement chauds, et elle convient très bien notamment pour la fabrication de pots d'échappement de véhicules automobiles.

Exemple 2

En application de la quatrième variante mentionnée plus haut, on a déposé, par évaporation sous vide, un alliage inoxydable sur une face d'une bande d'acier. Le sas d'entrée n'a pas de rôle particulier; il peut être constitué par tout moyen connu, en particulier par un bain de plomb. A la sortie de l'enceinte sous vide, la bande 1, revêtue sur une face, traverse un sas contenant un bain composite, comportant un bain de plomb (2) du côté de l'enceinte sous vide et un bain de plomb surmonté d'un bain de zinc (3) du côté de l'atmosphère, comme le montre la figure annexée. La bande est essorée par des jets d'air (4), puis refroidie jusqu'à la température ambiante. Comme on l'a indiqué plus haut, les bains de plomb et de zinc peuvent contenir de faibles quantités d'aluminium.

Le plomb ne mouille ni n'adhère à aucune des deux faces de la bande. Le zinc ne mouille pas et n'adhère pas à la face revêtue de l'alliage inoxydable; par contre, il mouille et il adhère à la face d'acier nue.

On fabrique ainsi des bandes revêtues de zinc sur une face et d'un alliage inoxydable sur l'autre face, utilisables notamment comme panneaux de bardage dans l'industrie du bâtiment.

REVENDICATIONS

1. Procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche sur une bande métallique, dans lequel on forme une couche dudit revêtement par évaporation sous vide dans une enceinte comportant un sas d'entrée et un sas de sortie, au moins un desdits sas comprenant un bain liquide formant siphon entre l'extérieur et l'intérieur de ladite enceinte sous vide, caractérisé en ce que l'on dépose au moins une couche de revêtement métallique supplémentaire sur au moins une face de la bande en faisant passer celle-ci à travers au moins un desdits bains liquides, ledit bain liquide étant constitué par un métal de revêtement capable de mouiller et d'adhérer à ladite bande métallique.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise dans le sas d'entrée un bain d'un métal qui mouille et adhère à ladite bande, en ce que ce bain de métal est maintenu à une température suffisante pour former le revêtement désiré, en ce que l'on fait passer ladite bande à travers ledit bain de métal pour former ce revêtement, en ce que l'on effectue le dépôt par évaporation sous vide, et en ce qu'après sa sortie de ladite enceinte, on refroidit ladite bande revêtue jusqu'à la température ambiante.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on fait pénétrer la bande dans ladite enceinte, en ce que l'on effectue un dépôt par évaporation sous vide sur ladite bande, en ce que l'on utilise dans le sas de sortie un bain d'un métal qui mouille et adhère à la bande revêtue par évaporation sous vide, en ce que l'on maintient ledit bain de métal à une température suffisante pour former le revêtement désiré, en ce que l'on fait passer la bande revêtue dans ledit bain de métal pour former ce revêtement et en ce que l'on refroidit la bande revêtue jusqu'à la température ambiante.

4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise dans le sas d'entrée et dans le sas de sortie des bains de métal mouillant et adhérant à la bande, en ce que lesdits bains de

métal sont maintenus à des températures appropriées pour former les revêtements désirés sur la bande, en ce que l'on fait passer ladite bande successivement à travers le bain de métal du sas d'entrée où elle reçoit un premier revêtement, à travers l'enceinte sous vide où elle reçoit un dépôt par évaporation sous vide et à travers le bain de métal du sas de sortie où elle reçoit un revêtement final, et en ce que l'on refroidit la bande revêtue jusqu'à la température ambiante.

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on fait pénétrer la bande dans ladite enceinte, en ce que l'on effectue un dépôt par évaporation sous vide sur une seule face de la bande, en ce que l'on utilise dans le sas de sortie un double bain de métal composé successivement d'un premier métal qui ne mouille pas et qui n'adhère à aucune des deux faces de ladite bande et d'un second métal qui ne mouille pas et qui n'adhère pas à la face de la bande revêtue par évaporation sous vide, en ce que l'on maintient au moins ledit second métal à une température suffisante pour former le revêtement désiré sur ladite face de la bande non revêtue par évaporation sous vide, en ce que l'on fait passer la bande revêtue sur une face dans ledit double bain de métal pour former le revêtement désiré sur l'autre face, et en ce que l'on refroidit la bande revêtue jusqu'à la température ambiante.

6. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on introduit la bande dans une enceinte sous vide où règne une pression inférieure à 10^{-1} hPa, en ce que l'on dépose un alliage inoxydable sur la bande par évaporation sous vide, en ce que le bain de métal du sas de sortie est constitué d'un alliage d'aluminium, en ce que ledit bain d'alliage d'aluminium est maintenu à une température supérieure à 660°C, en ce que l'on fait passer la bande dans ledit bain d'alliage d'aluminium et en ce qu'on la refroidit ensuite jusqu'à la température ambiante.

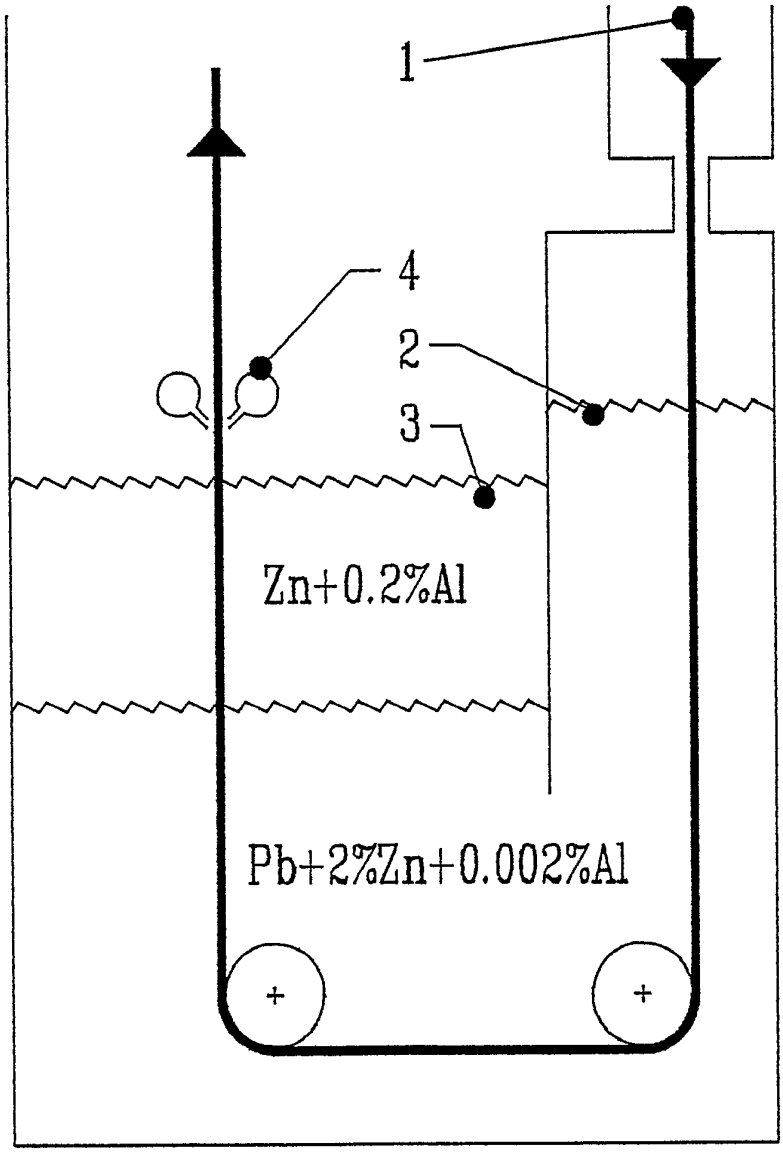
7. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce que l'on introduit la bande dans une enceinte sous vide où règne une pression inférieure à 10^{-1} hPa, en ce que l'on dépose un alliage inoxydable sur une

face de la bande par évaporation sous vide, en ce que le double bain de métal du sas de sortie est constitué par un bain de plomb surmonté, du côté de l'atmosphère, par un bain de zinc, en ce qu'au moins ledit bain de zinc est maintenu à une température suffisante pour former le dépôt de zinc désiré sur la face non revêtue de la bande d'acier, en ce que l'on fait passer ladite bande d'acier successivement à travers le bain de plomb et le bain de zinc du sas de sortie, et en ce qu'on la refroidit ensuite jusqu'à la température ambiante.

8. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 6 et 7, caractérisé en ce que ledit alliage inoxydable est un alliage Fe-Ni avec au moins un élément d'addition choisi parmi Al, Cr, Cu, Mn, Mo, Si, Ti.

9. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 3, 5, 6 et 7, caractérisé en ce que le sas d'entrée est constitué par un bain liquide formant siphon et en ce que ledit bain liquide est maintenu à une température suffisante pour préchauffer la bande à la température requise pour le dépôt par évaporation sous vide.

10. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit métal mouillant et adhérant à la bande est un métal à bas point de fusion, tel que l'étain, le cadmium, l'aluminium, le magnésium, le zinc, ou un alliage de ceux-ci.


1
4
2
3
Zn+0.2%Al
Pb+2%Zn+0.002%Al
+
+