

Brevet N°

du 22 octobre 1992

Titre délivré 15 MARS 1993



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

~~Centre de Recherches Métallurgiques-Centrum voor Research~~ (2)
~~in de Metallurgie, Association sans but lucratif-Vereniging~~
~~zonder winstoogmerk, 47 rue Montoyer, B-1040 Bruxelles,~~
~~représentée par Monsieur Jean Waxweiler, 55 rue des~~ (3)
~~Bruyères, L-1274 Howald, agissant en qualité de mandataire~~

~~dépose(nt) ce vingt-deux octobre mil neuf cent quatre-vingt-douze~~ (4)
~~à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg;~~

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant:
Procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche (5)
sur une bande métallique

2. la description en langue française de l'invention en trois exemplaires;

3. 1 planches de dessin, en trois exemplaires;

4. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg, le 22.10.1992 ;

5. la délégation de pouvoir, datée de Bruxelles le 12.10.1992 ;

6. le document d'ayant cause (autorisation);

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont): (6)
Philippe PAULUS, 13 rue Biche les Prés, B-4870 Trooz

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de (7)
brevet déposée(s) en (8) Belgique

le (9) 23 octobre 1991

sous le N° (10) 09100984

au nom de (11) Centre de Recherches Métallurgiques

élit(élisent) domicile pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg (12)
55 rue des Bruyères, L-1274 Howald

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées,
avec ajournement de cette délivrance à _____ mois. (13)

Le ~~déposant~~ / mandataire: [Signature] (14)

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes,
Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du: 22.10.1992

à 15.00 heures



Pr. le Ministre de l'Économie et des Classes Moyennes,

p.d.

Le chef du service de la propriété intellectuelle,

A 68007

EXPLICATIONS RELATIVES AU FORMULAIRE DE DÉPÔT
(1) s'il y a lieu "Demande de certificat d'addition au brevet principal, à la demande de brevet principal No du - (2) inscrire les nom, prénom, profession, adresse du demandeur, lorsque celui-ci est un particulier ou les dénomination sociale, forme juridique, adresse du siège social, lorsque le demandeur est une personne morale - (3) inscrire les nom, prénom, adresse du mandataire agréé, conseil en propriété industrielle, muni d'un pouvoir spécial, s'il y a lieu: "représenté par agissant en qualité de mandataire" - (4) date de dépôt en toutes lettres - (5) titre de l'invention - (6) inscrire les noms, prénoms, adresses des inventeurs ou l'indication "(voir) désignation séparée (suivra)", lorsque la désignation se fait ou se fera dans un document séparé, ou encore l'indication "ne pas mentionner", lorsque l'inventeur signe ou signe un document de non-mention à joindre à une désignation séparée présente ou future - (7) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité, brevet européen (CBE), protection internationale (PCT) - (8) Etat dans lequel le premier dépôt a été effectué ou, le cas échéant, Etats désignés dans la demande européenne ou internationale prioritaire - (9) date du premier dépôt - (10) numéro du premier dépôt complété, le cas échéant, par l'indication de l'office récepteur CBE/PCT - (11) nom du titulaire du premier dépôt - (12) adresse du domicile effectif ou élu au Grand-Duché de Luxembourg - (13) 2, 6, 12 ou 18 mois - (14) signature du demandeur ou du mandataire agréé.



Monsieur le Ministre
de l'Économie et des Classes Moyennes
Service de la Propriété Intellectuelle
LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

(1)

I. Requête

Centre de Recherches Métallurgiques-Centrum voor Research (2)
in de Metallurgie, Association sans but lucratif-Vereniging
zonder winstoogmerk, 47 rue Montoyer, B-1040 Bruxelles,
représentée par Monsieur Jean Waxweiler, 55 rue des (3)
Bruyères, L-1274 Howald, agissant en qualité de mandataire

dépose(nt) ce vingt-deux octobre mil neuf cent quatre-vingt-douze (4)
à 15.00 heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg:

1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant:
Procédé pour déposer en continu un revêtement multicouche
sur une bande métallique (5)

2. la description en langue française de l'invention en trois exemplaires:

3. 1 planches de dessin, en trois exemplaires;

4. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg, le 22.10.1992 ;

5. la délégation de pouvoir, datée de **Bruxelles** le **12.10.1992** ;

6. le document d'ayant cause (autorisation);

déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont): (6)
Philippe PAULUS, 13 rue Biche les Prés, B-4870 Trooz

revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de (7)
brevet déposée(s) en (8) Belgique

le (9) 23 octobre 1991

sous le N° (10) 09100984

au nom de (11) Centre de Recherches Métallurgiques

élit(élisent) domicile pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg
55 rue des Bruyères, L-1274 Howald (12)

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les annexes susmentionnées, avec ajournement de cette délivrance à mois. (13)

Le déposant/ mandataire: (14)

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes,
Service de la Propriété Intellectuelle du Luxembourg, en date du: 22.10.1992

à 15.00 heures

Pr. le Ministre de l'Économ~~i~~e et des Classes Moyennes,

Le chef du service de la propriété intellectuelle,



A 68007

EXPLICATIONS RELATIVES AU FORMULAIRE DE DÉPÔT

1) s'il y a lieu "Demande de certificat d'addition au brevet principal, à la demande de brevet principal No (1) (2) inscrire les nom, prénom, profession, adresse du demandeur, lorsque celui-ci est un particulier ou le désignation sociale, forme juridique, adresse du siège social lorsque le demandeur est une personne morale (3) inscrire les nom, prénom, profession, adresse de l'inventeur, muni d'un pouvoir spécial, s'il y a lieu: "présenté par agissant en qualité de mandataire" (4) la date de dépôt en toutes lettres - (5) titre de l'invention - (6) nom des nommes, prénoms, adresses des inventeurs ou l'indication "(voir désignation séparée (suivra))", lorsque la désignation se fait ou se fera dans un document séparé, ou encore l'indication "ne pas mentionner", lorsque l'inventeur signe ou signent un document de non-mention à joindre à une désignation séparée présente ou future - (7) brevet, certificat d'addition, modèle d'utilité, brevet européen (CBE), protection internationale (PI) (8) Etats désignés dans le premier état de la procédure - (9) le cas échéant, Etats désignés dans la demande européenne ou internationale (CBE/PI) - (10) numéro du premier dépôt communautaire - (11) le cas échéant, par l'inventeur, le cas échéant, Etats désignés dans la demande européenne ou internationale (CBE/PI) - (12) adresse du domicile effectif ou élu au Grand-Duché de Luxembourg - (13) 2, 6, 12 ou 18 mois - (14) signature du demandeur ou du mandataire agréé.

C23 C 28/02

REVENDICATION DE PRIORITE

L-3583

Dépôt de la demande de brevet
en Belgique
du 23 octobre 1991 sous le numéro 09100984

M E M O I R E D E S C R I P T I F

DEPOSE A L'APPUI D'UNE DEMANDE

DE BREVET D'INVENTION

AU GRAND-DUCHE DE LUXEMBOURG

par: Centre de Recherches Métallurgiques-
Centrum voor Research in de Metallurgie,
Association sans but lucratif-Vereniging
zonder winstoogmerk
47 rue Montoyer
B-1040 Bruxelles

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

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
5 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
10 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
15 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.
20

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.

25 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.

30 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.

35 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.

- 5 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
10 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 tem-
15 pérature 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
20 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
25 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
30 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.

35 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.

REVENDECATIONS

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 adhérent 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 10 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
15 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
20 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.

25 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
30 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.

35 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.

10

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.

15

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.

20

10. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit métal mouillant et adhérent 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.

25

