



MINISTRE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

N° 897.817

Classif. Internat.:

B21B/C21D/B22D

Mis en lecture le:

16 -01- 1984

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;**Vu le procès-verbal dressé le 23 septembre 19 83 à 15 h. 20*

au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. - Il est délivré à la Sté dite : NIPPON STEEL CORPORATION
6-3, Ottemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo (Japon)

repr. par le Bureau Gevers S.A. à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Procédé de production de tôles d'acier
électrique à grains orientés et tôles ainsi obtenues
(Inv. : Y. Suga, T. Nakayama, T. Konno, F. Matsumoto et
K. Honma)

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposée au Japon le 24 septembre 1982, n° 57-165065,
le 24 septembre 1982, n° 57-165066 et le 9 avril 1983,
n° 58-62688

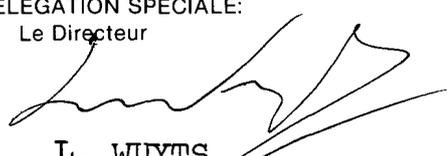
Article 2. - Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 14 octobre 19 83

PAR DELEGATION SPECIALE:

Le Directeur


L. WUYTS

89787

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET D'INVENTION

formée par

NIPPON STEEL CORPORATION

pour:

"Procédé de production de tôles d'acier électrique à grains orientés et tôles ainsi obtenues"

Priorité de trois demandes de brevet au Japon déposées les 24 septembre 1982, sous le n° 57-165065, 24 septembre 1982, sous le n° 57-165066 et 9 avril 1983, sous le n° 58-62688.

Inventeurs: Yozo Suga, Tadashi Nakayama, Toyohiko Konno, Fumio Matsumoto et Keiji Honma.



"Procédé de production de tôles d'acier électrique à grains orientés et tôles ainsi obtenues"

La présente invention est relative à un procédé de production de tôles d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée.

La tôle d'acier électrique à grains orientés est une matière magnétique douce formée de grains cristallins présentant une texture dite de Goss, exprimée sous la forme de $\{100\} \langle 001 \rangle$ par l'indice de Miller, dans laquelle l'orientation cristalline du plan de la tôle est le plan $\{110\}$ et l'orientation cristalline de la direction de laminage est parallèle à l'axe $\langle 001 \rangle$. On utilise les tôles en acier électrique à grains orientés pour des noyaux de transformateurs, générateurs et autres machines et dispositifs électriques.

La tôle d'acier électrique à grains orientés doit avoir d'excellentes caractéristiques de magnétisation et de perte en watts. La caractéristique de magnétisation est définie par l'amplitude de la densité de flux magnétique induite dans la tôle d'acier électrique à grains orientés par un champ magnétique préalablement déterminé. Dans le cas présent, on utilise B_{10} . Une matière magnétique douce ayant une densité de flux magnétique élevée, c'est-à-dire une bonne caractéristique de magnétisation, peut avantageusement réduire la dimension

la recristallisation secondaire; il est donc possible d'élever la proportion des grains orientés $\{110\} \langle 001 \rangle$ de façon précise dans les grains cristallins, en élevant ainsi la densité de flux magnétique de la tôle d'acier électrique à grains orientés et en réduisant, par conséquent, la période de perte en watts; il est donc important de développer des techniques permettant de contrôler la recristallisation secondaire.

La demande de brevet japonais publiée, examinée n° 40-15 644 (Taguchi et coll.) et la demande de brevet japonais publiée, examinée n° 51-13 469 (Imanaka et coll.) décrivent des techniques de base pour produire une tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée et une perte en watts réduite.

Les techniques de base décrites dans ces deux demandes de brevet japonais publiées, examinées présentent toutefois certains problèmes fondamentaux. Dans le procédé décrit dans la demande de brevet japonais publiée, examinée n° 40-15 644, il est difficile de réaliser des conditions de production optimales globales et de produire d'une façon stable des tôles d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée. Par conséquent, le procédé n'est pas approprié pour la production stable de produits ayant les meilleures propriétés magnétiques.

Le procédé décrit dans la demande de brevet japonais publiée, examinée n° 51-13 469 comprend un double laminage à froid et l'utilisation d'un élément coûteux, tel que Pb ou Se. Ce procédé implique par conséquent des coûts de production élevés.

De même, les deux procédés de la technique antérieure requièrent des températures de chauffage de brame élevées, qui se révèlent désavantageuses pour ce qui est de l'énergie utilisée pour chauffer la brame, qui diminuent le rendement dû à la production de scories et qui augmentent les coûts de réparation des fours de chauffage des brames.

Lorsque l'on chauffe une brame pour la rendre apte au laminage, on doit élever la température de chauffage de la brame d'une manière suffisamment élevée pour dissoudre les matières solides telles que MnS et d'autres éléments inhibiteurs. Ces derniers précipitent sous la forme de MnS, AlN, etc, lorsque l'acier est laminé à chaud ou soumis à un recuit de feuillard à chaud. Le degré d'orientation désiré est d'autant plus grand que la quantité de MnS, AlN et autres fins précipités qui doivent être présents dans l'acier est plus importante et que, par conséquent, la température de chauffage de brame nécessaire est plus élevée. La demande de brevet japonais publiée, non examinée n° 48-51852 relate des perfectionnement au procédé de la demande de brevet japonais publiée, examinée n° 40-15644. Dans ce procédé, on élève la teneur en Si de la matière de départ. Toutefois, une teneur élevée en silicium restreint sensiblement les conditions de laminage à chaud sous lesquelles la teneur en AlN peut être garantie dans le feuillard laminé à chaud. De même, puisque la teneur en silicium est élevée, la gamme de températures à laquelle AlN précipite au cours d'un laminage à chaud réalisé d'une manière appropriée pour la recristallisation secondaire se déplace vers les températures supérieures, re-

d'acier électrique à grains orientés en utilisant une bande coulée en continu. Ces procédés, toutefois, nécessitent la reconstruction d'une installation de coulée ou de laminage et ne résolvent pas complètement encore le problème de la production de stries.

Un but de la présente invention est de prévoir un procédé de production d'une tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique B_{10} de 1,89 Tesla ou plus, en utilisant une seule étape de laminage à froid, dans lequel on peut obtenir une recristallisation secondaire stable sous des conditions moins strictes que dans la technique antérieure, même à une faible température de chauffage de brame, à une teneur en Si plus élevée que dans la technique antérieure et/ou en utilisant une brame coulée en continu.

La caractéristique principale du procédé de la présente invention réside dans les étapes suivantes: la préparation d'une brame qui a une température de 1430°C ou moins et qui contient 0,025% à 0,075% de C, 3,0% à 4,5% de Si, 0,010% à 0,060% d'aluminium soluble dans les acides, 0,0030% à 0,0130% de N, pas plus de 0,007% de S, 0,08% à 0,45% de Mn et 0,015% à 0,045% de P, le restant étant constitué par du Fe, le laminage à chaud de la brame pour former un feuillard laminé à chaud, le recuit du feuillard laminé à chaud à une température de l'ordre de 850°C à 1200°C pendant une courte période de temps, le laminage à froid accentué du feuillard recuit à une réduction d'au moins 80%, en obtenant ainsi l'épaisseur de tôle finale, le recuit de décarburation en continu du feuillard laminé à froid obtenu dans une atmosphère d'hydrogène humide et ensuite l'ap-

plication d'un séparateur de recuit sur le feuillard, et la réalisation d'un recuit final à température élevée.

Une des caractéristiques de la présente invention est la teneur en soufre de 0,007% ou moins. Dans la technique antérieure, comme décrit dans les demandes de brevet japonais publiées, examinées n° 30-3651, 40-15644 et 47-25250, on croit que le soufre est intéressant pour produire des tôles d'acier électrique à grains orientés puisque le soufre forme du MnS, l'un des précipités indispensables à l'obtention d'une recristallisation secondaire. Suivant ces publications, l'effet du soufre est le plus important dans une certaine gamme de teneurs qui est déterminée par la quantité de soluté MnS amenée dans la solution solide au cours du processus de chauffage de la brame. L'AlN forme également des précipités que l'on suppose intéressants dans la production des tôles d'acier électrique à grains orientés. Habituellement, on utilise les deux précipités MnS et AlN comme inhibiteurs.

La demanderesse a examiné en détail le comportement de précipitation du MnS et de l'AlN. On a constaté que lorsque l'on chauffe une brame répondant à la composition d'une tôle d'acier électrique et qu'ensuite on la lamine à chaud et que lorsque l'on recuit un feuillard laminé à chaud, le MnS précipite d'abord à une température élevée et l'AlN précipite ensuite à une faible température. Puisque le MnS est déjà présent dans l'acier lorsque l'AlN précipite, l'AlN a tendance à précipiter autour du MnS, conduisant à la précipitation d'un complexe. C'est ainsi que la dimension et l'état de dispersion de l'AlN sont influencés par les états de précipitation du

MnS. C'est-à-dire que lorsque la quantité de MnS précipité est importante, l'AlN est de grande dimension et est dispersé de manière non uniforme.

Comme on le sait d'après la demande de brevet japonais publiée, non examinée n° 48-51852, un concept fondamental en métallurgie pour produire une tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée avec un procédé de laminage à froid unique est de créer un état de dispersion approprié de l'AlN en utilisant la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ qui se produit au cours du laminage à chaud ou du recuit. Lorsque la teneur en Si est élevée, la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ est modifiée d'une façon défavorable, de sorte que la dispersion d'AlN est altérée. Dans le cas d'une coulée en continu, on suppose que ceci mène à la production de stries.

En se basant sur les constatations susmentionnées et sur les considérations émises au sujet de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, on a diminué suivant la présente invention le degré de précipitation du MnS. On a alors constaté que même avec une teneur élevée en Si dans l'acier, l'état de dispersion de l'AlN pouvant être maintenu uniforme et les précipités d'AlN maintenus à petite dimension.

Une des caractéristiques de la présente invention réside, par conséquent, dans le fait que la teneur en soufre est inférieure à celle de la technique antérieure. Même avec une teneur aussi basse en soufre, la précipitation d'AlN peut être contrôlée d'une façon appropriée et la production de stries dans la coulée continue qui peut se produire lorsque la teneur en Si est élevée, peut être empêchée.

Puisque la teneur en soufre est faible, le

taux de précipitation de MnS suivant la présente invention est inférieur à celui de la technique antérieure. La diminution du taux de précipitation de MnS signifie que la quantité totale des inhibiteurs est réduite, diminution qui a tendance à entraîner une diminution de la densité de flux magnétique. Pour compenser la diminution de la densité de flux magnétique, on ajoute du Mn et du P dans l'acier en quantités appropriées.

Une autre caractéristique de la présente invention réside dans le fait que Mn et le P ajoutés à l'acier ne modifient pas les inhibiteurs mais rendent la texture de recristallisation primaire appropriée avant la recristallisation secondaire. C'est ainsi que ces éléments compensent la diminution susmentionnée de la densité de flux magnétique, et qu'ils peuvent même augmenter la densité de flux magnétique par un contrôle de la texture. Les grains cristallins sont raffinés et ont une dimension uniforme, ce qui entraîne une stabilisation de la seconde recristallisation.

Une autre caractéristique de la présente invention est que la teneur en Si de la matière de départ est d'au moins 3,0%, tout en stabilisant la recristallisation secondaire et en empêchant ainsi la production de stries. Ceci conduit à l'une des pertes en watts les plus basses et à la densité de flux magnétique la plus élevée que l'on peut atteindre dans une tôle d'acier électrique à grains orientés de qualité élevée.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description ci-après, donnée à titre d'exemple non limitatif et en se référant aux dessins annexés, dans lesquels:

Les figures 1A à 1D sont des photographies de macrostructures de grains cristallins des produits obtenus en utilisant des aciers contenant respectivement 0,004%, 0,007%, 0,015% et 0,025% de S.

5 Les figures 2A à 2D sont des photographies de macrostructures de grains cristallins des produits obtenus en utilisant des bandes coulées en continu contenant respectivement 0,004%, 0,007%, 0,012% et 0,030% de S.

10 La figure 3 est un graphique montrant l'influence de Mn et de P sur la densité de flux magnétique B_{10} .

La figure 4 est un graphique montrant l'influence de Mn et de P sur B_{10} concernant un produit obtenu en utilisant une brame coulée en continu contenant 0,0090% de N.

15

La figure 5 est un graphique des propriétés magnétiques des produits obtenus sous les mêmes conditions que dans la figure 3, mais à des températures de chauffage de brame de 1150°C et de 1350°C.

20

La figure 6 est un graphique montrant l'influence de la température de chauffage de la brame sur la densité de flux magnétique des produits.

La figure 7 est un graphique montrant la relation entre la densité de flux magnétique (B_{10}) des produits et la vitesse de chauffage dans une gamme de températures allant de 700°C à 1100°C, ce chauffage étant réalisé au cours d'un recuit final à température élevée.

25

La figure 8 est un graphique montrant la relation entre la densité de flux magnétique, la perte en watts et la teneur en Cr.

30

E

La figure 9 est un graphique similaire à la figure 5, concernant des aciers contenant du Cr.

Quatre aciers, dans lesquels les teneurs en S sont respectivement de 0,004%, 0,007%, 0,015% et
5 0,025%, et qui contiennent 0,030% de C, 3,45% de Si, 0,030% d'aluminium soluble dans les acides et 0,0085% d'azote, sont préparés sous la forme de petits échantillons d'une épaisseur de 40 mm. On les chauffe jusqu'à 1200°C dans un four et on les extrait ensuite du
10 four, en les laissant refroidir dans de l'air ambiant jusqu'à la température de 1000°C. Les quatre aciers sont ensuite maintenus dans un four pendant 30 secondes à 1000°C. Les quatre aciers ayant la température de 1000°C sont laminés à chaud par trois passes pour former
15 des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit continu à 1100°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former une tôle laminée à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation dans une atmosphère d'hydrogène
20 humide; application de MgO; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures.

Comme on peut le voir d'après les macrostructures de grains cristallins des produits représentés sur les figures 1A à 1D, aucune recristallisation secondaire
25 incomplète ne se produit lorsque la teneur en S est de 0,007% ou moins. De même, d'après les expériences réalisées par la demanderesse, aucune recristallisation secondaire incomplète ne se produit lorsque la teneur en Si est de 4,5% ou moins et lorsque la teneur en S est de
30 0,007% ou moins. Par conséquent, la teneur en S est limitée à 0,007% ou moins dans le cadre de la présente in-

vention. La teneur en S est réduite d'une façon désirable lorsque l'acier en fusion est à l'état fondu parce que le traitement de désulfuration au cours du recuit à température élevée final peut être facilité. Suivant
5 les techniques de fusion actuelles pour diminuer la teneur en soufre, la teneur en S qui peut être aisément atteinte sans provoquer des élévations de coût est ordinairement de 0,001% ou plus.

Quatre brames coulées en continu, dans lesquelles les teneurs en S sont respectivement de 0,004%,
10 0,007%, 0,012% et 0,030%, et qui contiennent 0,055% de C, 3,30% de Si, 0,25% de Mn, 0,030% d'aluminium soluble dans les acides et 0,0080% d'azote, sont chauffées jusqu'à 1410°C dans un four et sont laminées à chaud pour
15 former des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit continu à 1150°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former un feuillard laminé à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO comme séparateur de
20 recuit; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures.

De même, comme on peut le voir d'après les macrostructures de grains cristallins représentées par les
25 figures 2A à 2D, les stries ont moins tendance à se produire lorsque la teneur en S est très faible, aucune strie n'apparaissant lorsque la teneur en S est de 0,007% ou moins.

Des brames coulées en continu, dans lesquelles on fait varier les teneurs en Mn et P, et qui contiennent
30 0,050% de C, 3,40% de Si, 0,002% de S, 0,030% d'aluminium soluble dans les acides et 0,0080% d'azote, sont pré-

parées sous la forme de petits échantillons d'une épaisseur de 40 mm. On les chauffe jusqu'à 1150°C dans un four et on les lamine à chaud par trois passes pour former des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm.
 5 La température de finissage du laminage à chaud est d'approximativement 820°C.

Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit en continu à 1100°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former une tôle laminée à froid
 10 de 0,30 mm; recuit de décarburation dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures.

La densité de flux magnétique B_{10} des produits est représentée sur la figure 3. Sur la figure 3, x
 15 correspond à $B_{10} < 1,80$ Tesla, Δ correspond à $1,80 \leq B_{10} < 1,89$ Tesla, o correspond à $1,89 \leq B_{10} \leq 1,91$ Tesla et . correspond à $1,91 \text{ Tesla} \leq B_{10}$. Comme on peut le voir d'après la figure 3, lorsque la teneur en Mn est faible, la recristallisation secondaire devient instable, et lors-
 20 que la teneur en Mn est élevée, sa densité de flux magnétique B_{10} est élevée. Toutefois, lorsque l'on ajoute du Mn en une quantité supérieure à une certaine valeur, il se révèle inefficace pour accroître la densité de flux magnétique B_{10} et coûteux puisque la quantité d'alliage
 25 complémentaire devient exagérément élevée.

Lorsque la teneur en P est trop faible, la densité de flux magnétique B_{10} est faible et l'apparition de recristallisation secondaire incomplète est accrue. Lorsque la teneur en P est trop élevée, la fréquence de fissures au cours du laminage à froid est accrue.
 30

C'est ainsi qu'on limite, suivant la présente invention, la teneur en Mn dans la gamme de 0,08% à 0,45%, et la teneur en P dans la gamme de 0,015% à 0,045%. Dans ces gammes, la densité de flux magnétique B_{10} est de 1,89 Tesla ou plus, la recristallisation secondaire est stable et les problèmes de fissurations sont non significatifs.

Des brames coulées en continu, dans lesquelles on fait varier les teneurs en Mn et P, et qui contiennent 0,060% de C, 3,45% de Si, 0,004% de S, 0,033% d'aluminium soluble dans les acides et 0,0090% d'azote, sont chauffées jusqu'à 1410°C et sont ensuite laminées à chaud pour former des feuillards laminés à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit en continu à 850°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des feuillards laminés à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO comme séparateur de recuit; et recuit final à haute température à 1200°C pendant 20 heures.

La densité de flux magnétique B_{10} du produit est représentée sur la figure 4, dans laquelle x correspond à $B_{10} < 1,80$ Tesla, Δ correspond à $1,80 \leq B_{10} < 1,89$ Tesla, o correspond à $1,89 \leq B_{10} < 1,92$ Tesla, \circ correspond à $1,92 \leq B_{10} < 1,93$ Tesla, et \odot correspond à $1,93 < B_{10}$. Comme on peut le voir d'après la figure 4, lorsque la teneur en Mn est trop basse, la recristallisation secondaire devient stable, et lorsque la teneur en Mn est élevée, la densité de flux magnétique B_{10} est élevée. Toutefois, lorsque l'on ajoute du Mn en une quantité dépassant une certaine valeur, il se révèle inefficace pour

accroître la densité de flux magnétique B_{10} et coûteux puisque les quantités d'alliage complémentaire deviennent exagérément élevées.

5 Lorsque la teneur en P est faible, la densité de flux magnétique B_{10} est trop basse et la production de recristallisation secondaire incomplète est accrue. Lorsque la teneur en P est trop élevée, la fréquence de fissures au cours du laminage à froid est accrue.

10 C'est ainsi qu'on limite, suivant la présente invention, la teneur en Mn à la gamme de 0,08% à 0,45%, et la teneur en P à la gamme de 0,015% à 0,045%. Dans ces gammes, la densité de flux magnétique B_{10} est de 1,89 Tesla ou plus, la recristallisation secondaire est stable et les problèmes dus aux fissurations ne sont
15 pas significatifs.

Pour ce qui est des autres composants, l'acier qui est soumis aux traitements de la présente invention peut être fondu dans un convertisseur, four électrique ou four Martin, pour autant que la composition de l'acier
20 tombe dans les gammes décrites ci-après.

La teneur en C est donc d'au moins 0,025%. A une teneur en C inférieure à 0,025%, la recristallisation secondaire est instable. Même si une recristallisation secondaire se produit, la densité de flux magnétique
25 est faible (B_{10} est de tout au plus 1,80 Tesla). D'un autre côté, la teneur en C est de tout au plus 0,075%, puisque la période de recuit de décarburation est longue et par conséquent coûteuse lorsque la teneur en C excède 0,075%.

30 La teneur en Si est de tout au plus 4,5%. A une teneur en Si dépassant 4,5%, un grand nombre de fis-

sures se produisent au cours du laminage à froid. La teneur en Si est d'au moins 3,0%, de préférence d'au moins 3,2%. A une teneur en Si inférieure à 3,0%, on peut obtenir une perte en watts de la qualité la plus élevée, c'est-à-dire une perte en watts $W_{17/50}$ de 1,05 w/kg à une épaisseur de tôle de 0,30 mm.

Puisque l'on utilise de l'AlN dans le cadre de la présente invention pour les précipités indispensables à la recristallisation secondaire, la quantité minimale d'AlN doit être assurée en constituant une teneur en Al soluble dans les acides et une teneur en N respectivement d'au moins 0,010% et 0,0030%. La teneur en Al soluble dans les acides est de tout au plus 0,060%. A une teneur en Al soluble dans les acides dépassant 0,060%, l'AlN ne se disperse pas uniformément dans le feuillard laminé à chaud, de sorte que l'on obtient une faible recristallisation secondaire. La teneur en N est de tout au plus 0,0130%. A une teneur en N dépassant 0,0130%, des soufflures se forment sur la surface de la tôle d'acier.

Lorsque l'acier répond à la composition telle que décrite ci-dessus, une température de chauffage de brame dépassant 1300°C, utilisée dans la pratique courante, n'est pas nécessaire. D'une façon plus surprenante, lorsque l'on chauffe deux brames respectivement à une température élevée et à une faible température, et qu'on les soumet ensuite aux traitements permettant d'obtenir des tôles d'acier électrique à grains orientés, on a constaté que les deux produits obtenus ayant une densité de flux magnétique identique auront une perte en watts sensiblement plus petite lorsqu'on les obtient par un chauffage de la brame à basse température que lorsqu'on

les obtient par un chauffage de la brame à haute température. C'est ainsi qu'un chauffage de brame à basse température permet non seulement de réduire les coûts de production et d'être d'une application aisée avec une bande
 5 coulée en continu comme matière de départ, mais également de provoquer une réduction de la perte en watts.

La figure 5 illustre les propriétés magnétiques de produits obtenus sous les mêmes conditions que celles de la figure 3, mais à des températures de chauffage de brame de 1150°C et de 1350°C. Si l'on compare
 10 les deux produits (1150°C et 1350°C), on voit qu'une température de chauffage de brame inférieure peut diminuer sensiblement la perte en watts pour la même densité de flux magnétique.

Lorsque la température de chauffage de brame est de 1280°C ou moins, il n'y a aucune formation de scories au cours du chauffage de la brame. De plus, lorsque la température de chauffage de brame est de
 15 1280°C ou moins et lorsque la teneur en Si est de 3,0% ou moins, on peut obtenir un produit de la qualité la plus élevée, c'est-à-dire un produit qui montre une perte en watts $W_{17/50}$ de 1,50 w/kg ou moins à une épaisseur de tôle de 0,30 mm.
 20

La température de chauffage de brame la plus basse n'est pas limitée d'une manière spécifique, mais est d'une façon désirable de 1050°C, puisqu'à une température inférieure à 1050°C, une force d'entraînement élevée est requise pour le laminage à froid et la qualité de façonnage du feuillard d'acier est altérée. La température de brame la plus basse de 1050°C est par conséquent
 25 préférable du point de vue de la production industrielle de l'acier.
 30

La brame utilisée peut être une brame quelconque obtenue par un laminage de dégrossissage ou une coulée continue. Une brame coulée en continu est préférable à cause de l'économie de travail et des caractéristiques d'accroissement de rendement de la coulée continue. De plus, la coulée continue assure une composition chimique uniforme dans une brame, conduisant à des propriétés magnétiques uniformes dans la direction longitudinale du produit.

Comme décrit dans la demande de brevet japonais publiée, non examinée n° 53-19913, si l'on chauffe une brame coulée en continu à une température élevée, par exemple de l'ordre de 1320°C, des stries apparaissent et une production stable devient par conséquent impossible. Toutefois, puisque suivant la présente invention la température de chauffage de la brame peut être de 1280°C ou moins, il ne se produit aucune recristallisation secondaire incomplète. La présente invention permet, par conséquent, de conférer la perte en watts de la qualité la plus élevée tout en utilisant une faible température de chauffage de brame comparable à celle des aciers au carbone.

Des progrès récents dans les techniques de coulée continue ont amené la productivité des machines de coulée continue au même niveau que les laminoirs à chaud continus. Les dispositifs de coulée continue peuvent par conséquent à présent être directement combinés à des laminoirs à chaud continus. Lorsque des aciers sont amenés d'un dispositif de coulée continue directement vers un laminoir à chaud continu, le laminoir à chaud continu peut réaliser le laminage sans aucune période d'attente.

Par conséquent, suivant un procédé de laminage à chaud
avantageux que l'on peut utiliser dans le cadre de la
présente invention, la brame n'est pas refroidie après
la coulée continue et est directement laminée à chaud
5 tout en utilisant la chaleur sensible de la brame. Ou bien,
suivant un autre procédé de laminage à chaud avantageux,
on charge la brame dans un four avec récupérateur lors-
que la température de celle-ci, en particulier la tempé-
rature superficielle, baisse légèrement. La brame est
10 ensuite chauffée dans un four de chauffage très compact
pour aciers au carbone pendant une courte période de temps
et est alors laminée à chaud.

Ces procédés de laminage à chaud sont couram-
ment utilisés pour la production d'aciers au carbone. En
15 utilisant ces procédés pour produire des tôles d'acier
électrique à grains orientés, on peut obtenir une ef-
ficacité de laminage à chaud élevée comparable à celle
des aciers au carbone.

Lorsque l'on combine directement une machine
20 de coulée continue à un laminoir à chaud continu, on peut
empêcher avantageusement la formation de fissures inter-
nes. Une brame qui contient une quantité importante de
silicium a une faible conductivité thermique et, par con-
séquent, une différence de température élevée. C'est ain-
25 si que des contraintes thermiques apparaissent entre les
portions superficielle et intérieure de la brame. Si on
la refroidit après la coulée continue, des fissures in-
térieures se forment dans la brame et le rendement est
par conséquent amoindri. Toutefois, puisqu'on ne refroi-
30 dit pas la brame lorsque l'on utilise le procédé de lami-
nage à chaud avantageux, la formation de fissures inter-



nes peut être empêchée, ce qui s'avère particulièrement avantageux pour le laminage à chaud des aciers au silicium.

Suivant un procédé de chauffage de brame à haute température usuel, la brame a ordinairement une épaisseur de 150 mm à 300 mm et est laminée à chaud dans un laminoir de dégrossissage pour former un produit intermédiaire d'une épaisseur de 30 à 70 mm. Le produit intermédiaire est ensuite laminé à chaud par une série de laminoirs de finissage continu, pour former un feuillard laminé à chaud ayant une épaisseur prédéterminée.

Suivant ce procédé ordinaire, on ne peut pas utiliser de brame ayant une petite épaisseur, parce que la brame se déforme dans un four de chauffage de brame à cause de la température élevée, la brame ne pouvant pas par conséquent être extraite du four, ou à cause du fait que le four de chauffage de la brame doit être extrêmement long.

Suivant le procédé de chauffage de brame à basse température, on peut utiliser une brame coulée, mince, parce qu'une brame coulée peut être directement laminée à chaud. De plus, une brame coulée mince peut être soumise directement à un laminage de finissage tout en omettant le laminage à chaud de dégrossissage, en réalisant ainsi un laminage à chaud très efficace. Toutefois, si la brame est trop mince, l'efficacité de production est faible en coulée continue. D'un autre côté, si la brame est trop épaisse, la charge appliquée au laminoir à chaud de finissage est extrêmement élevée. Une épaisseur de brame de 30 mm à 70 mm est donc préférable.

La densité de flux magnétique est fortement influencée par la température de chauffage de la brame.

Des brames coulées en continu qui contiennent 0,057% de C, 3,50% de Si, 0,25% de Mn, 0,039% de P, 0,033% de Al soluble dans les acides et 0,0093% de N sont chauffées et laminées à chaud par le procédé de laminage à chaud simple pour former des feuillards laminés à chaud d'une épaisseur de 2,5 mm. Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit en continu à 1120°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des tôles laminées à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation à 850°C pendant 2 minutes dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO comme séparateur de recuit; et recuit final à haute température à 1200°C pendant 20 heures.

La densité de flux magnétique B_{10} des produits est représentée sur la figure 6. Comme on peut le voir d'après la figure 6, on peut obtenir une densité de flux magnétique B_{10} très élevée avec une température de chauffage de brame dépassant 1280°C. Dans un grand nombre de cas, une densité de flux magnétique très élevée de ce type est désirée d'une manière spécifique. Par exemple, une densité de flux magnétique élevée est particulièrement souhaitable lorsque l'on utilise une technique d'irradiation au rayon laser pour réduire la perte en watts de la tôle d'acier électrique à grains orientés obtenue par le procédé de la présente invention, parce que la diminution de la perte en watts est supérieure à une densité de flux magnétique supérieure. Cette technique s'avère efficace pour conférer une perte en watts particulièrement faible.

Si la température de chauffage de la brame est extrêmement élevée, l'installation de chauffage ne peut pas résister à de telles températures. La tempéra-

ture de chauffage de brame la plus élevée peut être de 1430°C.

Suivant le procédé de la présente invention, le feuillard laminé à chaud est recuit à une température de 850°C à 1200°C pendant une courte période de temps et est ensuite refroidi pour contrôler l'état de précipitation de l'AlN. Si la température de recuit est inférieure à 850°C, on ne peut pas obtenir une densité de flux magnétique élevée. D'un autre côté, si la température de recuit est supérieure à 1200°C, la recristallisation secondaire devient complète. Une période de recuit de 30 secondes ou plus est suffisante pour atteindre l'objectif du recuit, une période de recuit supérieure à 30 minutes se révélant désavantageuse du point de vue économique. La période de recuit est ordinairement de 1 à 30 minutes.

Le feuillard laminé à chaud recuit, que l'on peut appeler bande en rouleau ou rouleau à chaud, est ensuite laminé à froid. Un laminage à froid intense avec un degré de réduction d'au moins 80% est nécessaire pour produire une tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée.

Le feuillard laminé à froid est ensuite soumis à un recuit de décarburation. Le but du recuit de décarburation est de décarburer et d'effectuer la recristallisation secondaire du feuillard laminé à froid et simultanément de former sur celui-ci une couche d'oxyde qui est nécessaire à titre de film isolant.

Un séparateur de recuit, qui est nécessaire à la formation du film isolant sur le produit, est appliqué à la surface du feuillard laminé à froid ayant subi

un recuit de décarburation. Le séparateur de recuit se compose principalement de MgO et peut comprendre en plus, suivant les nécessités, un ou plusieurs des composés suivants: TiO_2 , Al_2O_3 , CaO, composé de B, composé de S et composé de N.

5
10
15
20
25
30

Ensuite, on réalise le recuit final à température élevée. Le but du recuit final à température élevée est d'effectuer la recristallisation secondaire et la purification du feuillard ayant subi le recuit de décarburation et de former un film isolant formé principalement de forstérite. On réalise ordinairement le recuit final à température élevée à une température de $1100^{\circ}C$ ou plus dans une atmosphère d'hydrogène ou dans une atmosphère mixte contenant de l'hydrogène. La température est ensuite ordinairement élevée jusqu'à approximativement $1200^{\circ}C$ et on réalise un recuit de purification de manière à réduire la teneur en N et S dans l'acier à un niveau aussi faible que possible.

Après le recuit final à température élevée, on applique sur le feuillard d'acier un liquide de revêtement composé principalement, par exemple, d'acide phosphorique, d'anhydride d'acide chromique et de phosphate d'aluminium, et on effectue un recuit à des fins de nivellement ou lissage. A cause du film de revêtement, le film isolant est davantage renforcé et peut engendrer une tension élevée. Un film isolant qui est essentiellement formé de $MgO.SiO_2$ est finalement formé.

Pour ce qui est des conditions du recuit final à haute température, la vitesse de chauffage à la gamme de températures où la recristallisation secondaire se produit, est de préférence lente, une vitesse lente se



révélant en effet efficace pour atteindre une densité de flux magnétique élevée stable. En termes de métallurgie, en chauffant lentement dans une gamme de températures de recristallisation secondaire, les grains de recristallisation secondaire ayant une plus petite inclinaison par rapport à l'orientation $\{110\} \langle 001 \rangle$ apparaissent à une température inférieure. Par conséquent, le chauffage lent peut accroître la proportion volumique des grains de recristallisation secondaire qui sont produits à basse température et qui sont par conséquent proches de l'orientation $\{110\} \langle 001 \rangle$, avec pour résultat que la densité de flux magnétique est accrue. De plus, puisque suivant la présente invention la croissance des grains cristallins est moins susceptible d'être arrêtée par de fines particules de MnS, dans lesquelles la teneur en S est faible, l'effet inhibiteur dû aux fines particules de MnS étant par conséquent réduit, que comparativement aux procédés usuels, dans lesquels la quantité de MnS est importante, la croissance des grains se fait relativement activement à basse température. C'est ainsi qu'un chauffage lent se révèle particulièrement efficace dans le cas des aciers à faible teneur en S pour accroître la proportion volumique des grains de recristallisation secondaire qui sont produits à basse température et qui sont donc proches de l'orientation $\{110\} \langle 001 \rangle$, ce qui permet ainsi d'accroître la densité de flux magnétique.

La figure 7 permettra de comprendre comment la densité de flux magnétique B_{10} est influencée par la vitesse de chauffage dans la gamme de températures allant de 700°C à 1100°C.

Un acier fondu qui contient 0,060% de C, 3,35% de Si, 0,25% de Mn, 0,033% d'Al soluble dans les acides,

0,030% de P, 0,005% de S et 0,0085% de N, est coulé en continu pour former une bande. Des brames coupées de la bande sont chauffées jusqu'à 1400°C et ensuite laminées à chaud pour former des feuillards laminés à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réalise successivement les étapes suivantes: recuit continu à 1200°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des tôles laminées à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation à 850°C pendant 2 minutes dans une atmosphère d'hydrogène humide; application d'un séparateur de recuit; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures. On fait varier la vitesse de chauffage dans le recuit final à température élevée.

Comme on peut le voir d'après la figure 7, la densité de flux magnétique B_{10} est plus élevée lorsque la vitesse de chauffage est plus faible. La densité de flux magnétique B_{10} est particulièrement élevée lorsque la vitesse de chauffage est de 15°C/heure ou moins.

La recristallisation secondaire est menée à bonne fin au cours du chauffage lent réalisé dans la gamme de températures allant de 700°C à 1100°C. A une vitesse de chauffage inférieure à 15°C/heure, la densité de flux magnétique ne varie pas fortement en fonction de la température, mais la dispersion intéressante de la densité de flux magnétique diminue à une faible vitesse de chauffage. La vitesse de chauffage minimale est d'une façon désirable de 7°C/heure sous l'angle des facteurs économie et efficacité. La température est ensuite ordinairement élevée jusqu'à approximativement 1200°C et on réalise un recuit de purification de manière à réduire les teneurs en N et S dans l'acier à un ni-

veau aussi faible que possible.

La tôle d'acier électrique à grains orientés peut contenir, en plus des éléments décrits ci-dessus, une petite quantité d'un ou de plusieurs éléments d'addition, par exemple Cr.

Des brames de coulée continue qui contiennent 0,06% de C, 3,33% de Si, 0,30% de Mn, 0,035% de P, 0,030% d'Al soluble dans les acides, 0,0085% de N, 0,004% de S et différentes teneurs en Cr sont chauffées jusqu'à 1350°C et laminées à chaud pour former des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réalise successivement les traitements suivants: recuit continu à 1120°C pendant 2 heures; laminage à froid pour former des feuillards laminés à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO comme séparateur de recuit; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures. Le Cr peut élargir avantageusement la gamme de l'Al soluble dans les acides à laquelle on obtient une densité de flux magnétique élevée. D'après la figure 8, on notera que le Cr peut également diminuer la perte en watts pour des densités de flux magnétique identiques. Toutefois, une teneur en Cr excédant 0,25% est inappropriée parce que les effets du Cr ne sont pas accentués et parce que le taux de décarburation est abaissé dans le recuit de décarburation.

Des brames coulées en continu qui contiennent 0,06% de C, 3,33% de Si, 0,004% de S, 0,033% de P, 0,032% de Al soluble dans les acides, 0,0090% de N et 0,15% de Cr, sont chauffées jusqu'à 1150°C et 1350°C et ensuite laminées à chaud pour former des feuillards lami-

5 nés à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. On réalise en-
 suite successivement les traitements suivants: recuit con-
 tinu à 1150°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour
 former des feuillards laminés à froid de 0,30 mm; recuit
 10 de décarburation à 850°C pendant 2 minutes dans une at-
 mosphère d'hydrogène humide; application de MgO comme
 séparateur de recuit; et recuit final à température éle-
 vée à 1200°C pendant 20 heures. Un revêtement de tension
 qui est formé principalement de silice colloïdale est
 15 appliqué sur les produits. Les propriétés magnétiques,
 représentées sur la figure 9, sont celles mesurées après
 avoir appliqué le revêtement de tension.

15 Comme on peut le voir d'après la figure 9, la
 température de chauffage de brame exerce une influence
 sur les propriétés magnétiques, c'est-à-dire qu'une tem-
 pérature de chauffage de brame plus faible permet une per-
 20 te en watts plus faible avec la même densité de flux ma-
 gnétique.

20 La présente invention est décrite à présent
 d'une manière plus détaillée par les Exemples suivants.

Exemple 1

25 De l'acier fondu qui contient 0,053% de C,
 3,30% de Si, 0,25% de Mn, 0,030% de P, 0,006% de S,
 0,027% d'Al soluble dans les acides et 0,0090% de N, est
 coulé en lingot. Le lingot est soumis à un laminage à
 chaud de dégrossissage pour former une brame d'une épais-
 seur de 250 mm. La brame est chauffée jusqu'à 1150°C et
 est ensuite laminée à chaud pour former des tôles lami-
 30 nées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. Ensuite, on réa-
 lise successivement les traitements suivants: recuit con-
 tinu à 1080°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour

ensuite laminées à chaud pour former des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. On réalise ensuite successivement les traitements suivants: recuit à 1080°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des feuil-
 5 lards laminés à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation à 850°C pendant 2 minutes dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures. La vitesse de
 10 température dans la gamme de 700 à 1100°C est de 20°C/heure dans le recuit final à température élevée. Un film de tension formé principalement d'anhydride d'oxyde chromique est appliqué sur la surface des tôles.

Les propriétés magnétiques du produit dans la direction de laminage sont les suivantes:

15 $B_{10} = 1,91$ Tesla
 $W_{17/50} = 0,97$ w/kg.
Exemple 9

De l'acier fondu qui contient 0,053% de C, 3,45% de Si, 0,23% de Mn, 0,037% de P, 0,003% de S, 0,027%
 20 d'Al soluble dans les acides, 0,0090% de N et 0,20% de Cr, est coulé par coulée continue pour former des brames en utilisant un moule comportant une cavité de moule d'une épaisseur de 250 mm. Les brames sont chauffées jusqu'à
 25 1130°C et ensuite laminées à chaud pour former des tôles laminées à chaud d'une épaisseur de 2,3 mm. On réalise ensuite successivement les traitements suivants: recuit à 1080°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des tôles laminées à froid de 0,30 mm; recuit de décarburation à 850°C pendant 2 minutes dans une atmosphère
 30 d'hydrogène humide; application de MgO; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures.



La vitesse de chauffage dans la gamme de températures allant de 700°C à 1100°C est de 10°C/heure dans le recuit final à température élevée. On applique ensuite un film de tension formé principalement d'anhydride
 5 d'oxyde chromique sur la surface des tôles.

Les propriétés magnétiques du produit sont les suivantes dans la direction de laminage:

$$B_{10} = 1,90 \text{ Tesla}$$

$$W_{17/50} = 1,01 \text{ w/kg.}$$

10

Exemple 10

De l'acier fondu qui contient 0,053% de C, 3,45% de Si, 0,23% de Mn, 0,037% de P, 0,003% de S, 0,027% d'Al soluble dans les acides, 0,0090% de N et 0,20% de Cr est coulé par coulée continue pour former
 15 des brames. Au cours de la coulée continue, on réalise une isolation thermique dans une machine de coulée continue, et la surface d'extrémité de la bande, qui est susceptible de se refroidir, est chauffée au gaz pendant une courte période de temps, de manière à réduire le refroidissement à un niveau aussi bas que possible, le refroidissement se produisant après solidification de l'acier
 20 fondu. Des bandes coupées, c'est-à-dire des brames, sont rapidement transférées à l'intérieur d'un laminoir à chaud, le laminage à chaud étant amorcé lorsque la partie centrale transversale et la partie superficielle des brames ont respectivement une température de l'ordre de 1200°C et de l'ordre de 1050°C; on obtient ainsi par laminage à chaud des feuilards laminés à chaud d'une épaisseur de 2,5 mm. Ensuite, on réalise successivement les traitements suivants:
 25 recuit à 1080°C pendant 2 minutes; laminage à froid pour former des tôles laminées à froid de 0,30 mm; recuit
 30

de décarburation à 850°C dans une atmosphère d'hydrogène humide; application de MgO; et recuit final à température élevée à 1200°C pendant 20 heures.

Les propriétés magnétiques du produit sont
5 les suivantes dans la direction de laminage:

$$B_{10} = 1,90 \text{ Tesla}$$

$$W_{17/50} = 1,03 \text{ w/kg.}$$

Il doit être entendu que la présente inven-
tion n'est en aucune façon limitée aux formes de réali-
10 sation ci-dessus et que bien des modifications peuvent
y être apportées sans sortir du cadre du présent brevet.



REVENDEICATIONS

1. Procédé de production d'une tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique élevée B_{10} de 1,89 Tesla ou plus, ce procédé
 5 étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes:

la préparation d'une brame qui a une température de 1430°C ou moins, et qui comprend de 0,025% à 0,075% de C, de 3,0% à 4,5% de Si, de 0,010% à 0,060%
 10 d'aluminium soluble dans les acides, de 0,0030% à 0,0130% de N, pas plus de 0,007% de S, de 0,08% à 0,45% de Mn et de 0,015% à 0,045% de P, le restant étant constitué par du Fe et des impuretés inévitables;

ensuite le laminage à chaud de la brame pour
 15 former un feuillard laminé à chaud;

le recuit du feuillard laminé à chaud à une température dans la gamme de 850°C à 1200°C pendant une courte période de temps;

ensuite le laminage à froid intense du feuillard recuit à une réduction d'au moins 80%, en obtenant
 20 ainsi l'épaisseur de tôle finale;

le recuit de décarburation en continu du feuillard laminé à froid obtenu dans une atmosphère d'hydrogène humide et ensuite l'application d'un séparateur de recuit sur le feuillard; et
 25

ensuite la réalisation d'un recuit final à température élevée.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la brame est chauffée dans un four à une
 30 température allant de plus de 1280°C à 1430°C.

3. Procédé suivant la revendication 1, caracté-

térisé en ce que la brame est chauffée dans un four à une température ne dépassant pas 1280°C.

4. Procédé suivant l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la brame est formée par coulée continue.

5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce qu'il comprend en outre l'apport direct de la brame d'une machine de coulée continue vers un laminoir à chaud, tout en évitant un refroidissement jusqu'à la température ambiante, le laminage à chaud commençant à une température ne dépassant pas 1280°C.

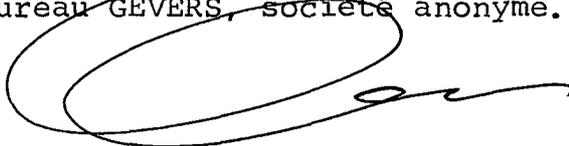
6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que dans l'étape de recuit finale à température élevée on utilise une vitesse de chauffage dans la gamme de températures allant de 700 à 1100°C de pas plus de 15°C/heure.

7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la brame contient en outre de 0,07 à 0,25% de Cr.

8. Tôle d'acier électrique à grains orientés ayant une densité de flux magnétique B_{10} de 1,89 Tesla ou plus formée essentiellement de 3,0% à 4,5% de Si, de 0,08% à 0,45% de Mn et de 0,015% à 0,045% de P, le restant étant constitué essentiellement par du Fe, cette tôle étant caractérisée en ce qu'elle est obtenue en supprimant, avant le recuit final à température élevée, la recristallisation secondaire au moyen d'un inhibiteur formé essentiellement d'AlN.

9. Procédé de production de tôles d'acier électrique à grains orientés et tôles ainsi obtenues, tels que décrits ci-dessus, notamment dans les Exemples donnés.

Bruxelles, le 23 septembre 1983
P. Pon de NIPPON STEEL CORPORATION
P. Pon du Bureau GEVERS, société anonyme.



NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 1A

S: 0,004%



Fig. 1B

S: 0,007%



Fig. 1C

S: 0,015%

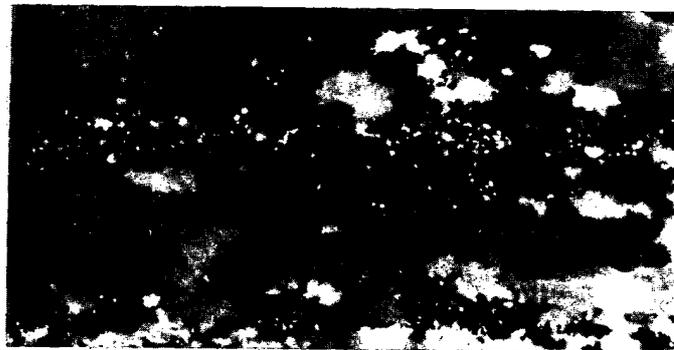
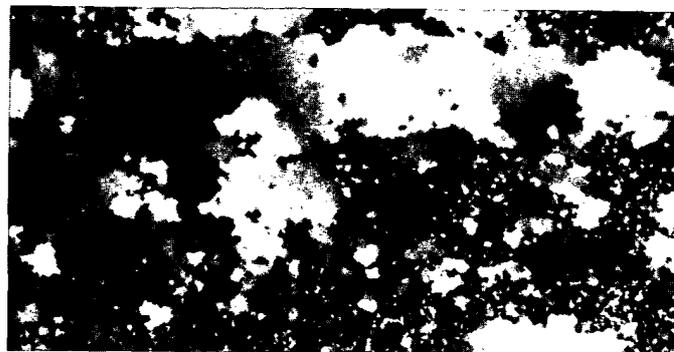


Fig. 1D

S: 0,025%



3cm

BRUXELLES, le 23 septembre 1983

P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

P. Pon. du Bureau GEVERS

société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 2A

S: 0,004 %

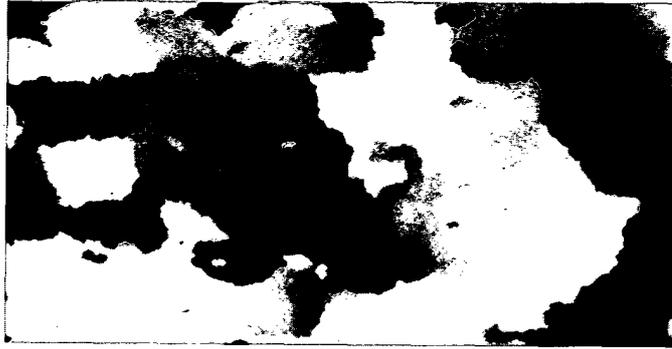


Fig. 2B

S: 0,007 %



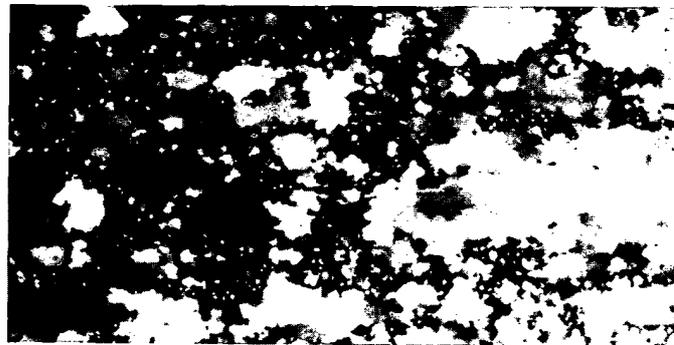
Fig. 2C

S: 0,012 %



Fig. 2D

S: 0,030 %



3 cm

BRUXELLES, le 23 septembre 1983

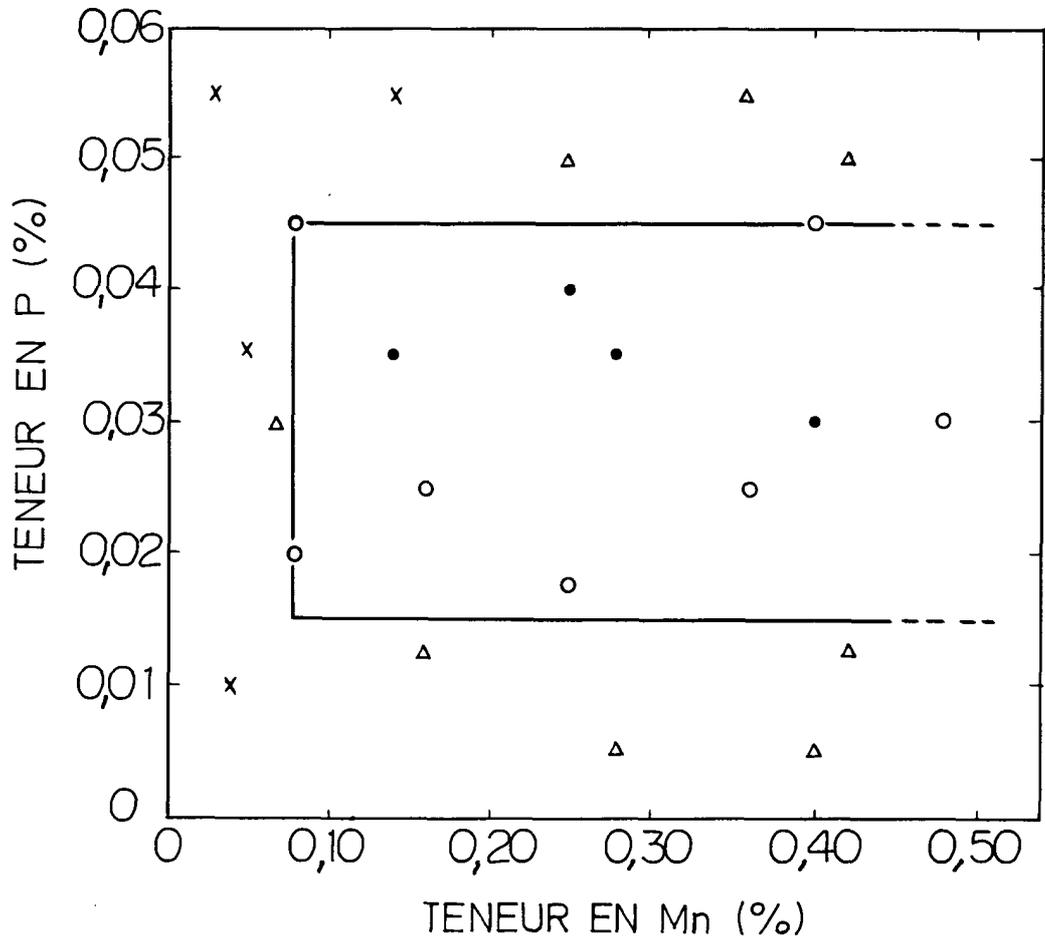
P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

P. Pon. du Bureau GEVENS

société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

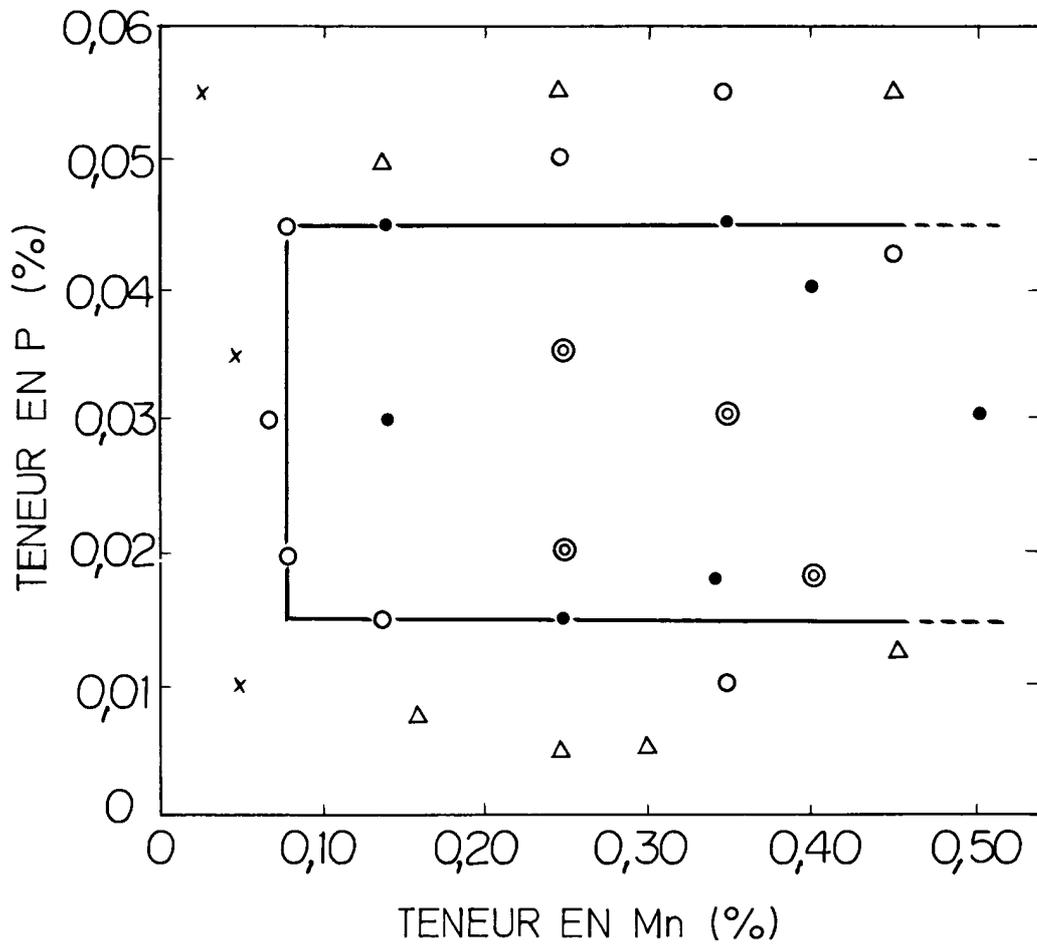
Fig. 3



BRUXELLES, le 23 septembre 1983
 P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION
 P. Pon. du Bureau GEVER*
société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

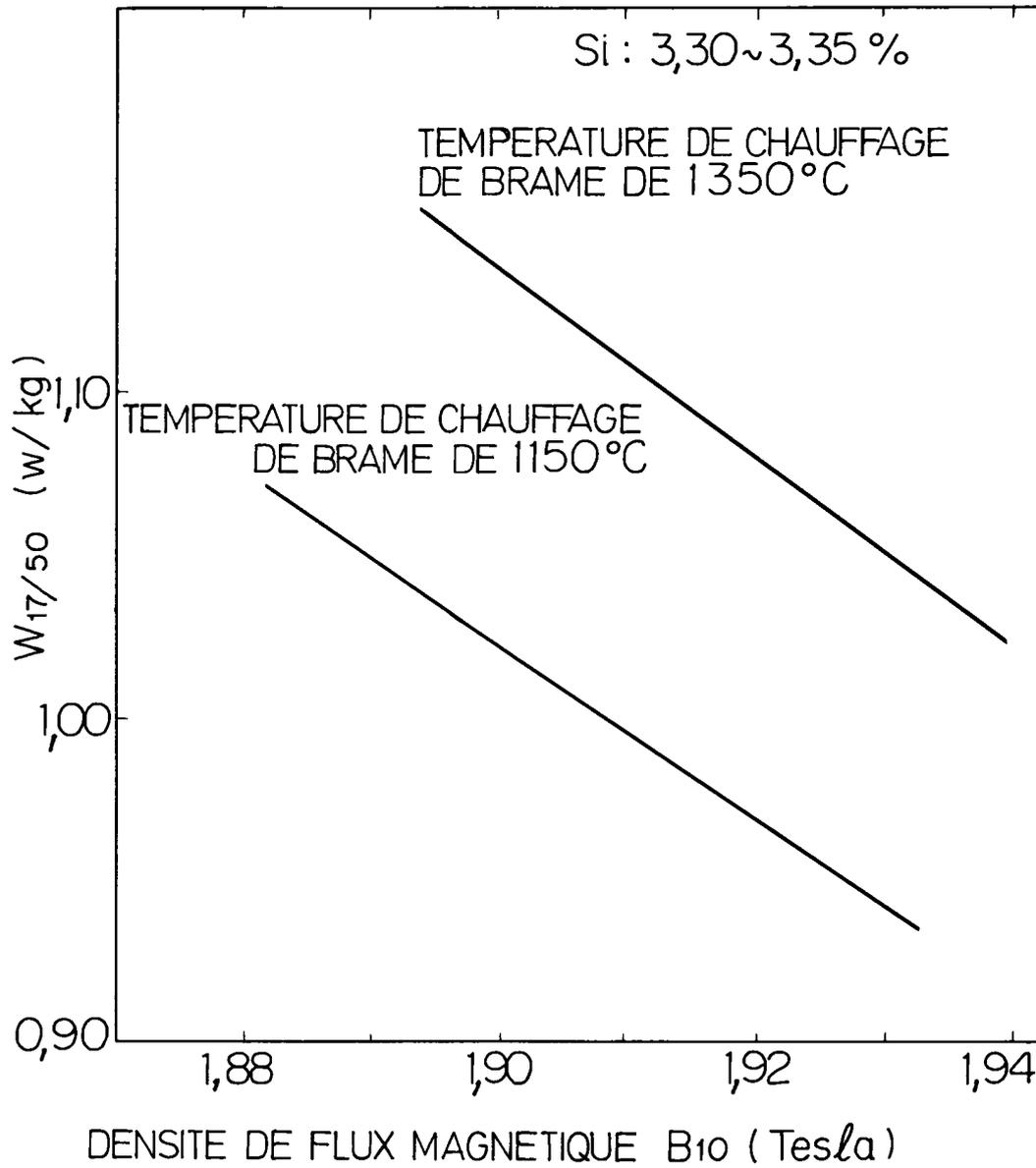
Fig. 4



BRUXELLES, le 23 septembre 1983
P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION
P. Pon. du Bureau GEVERE
société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

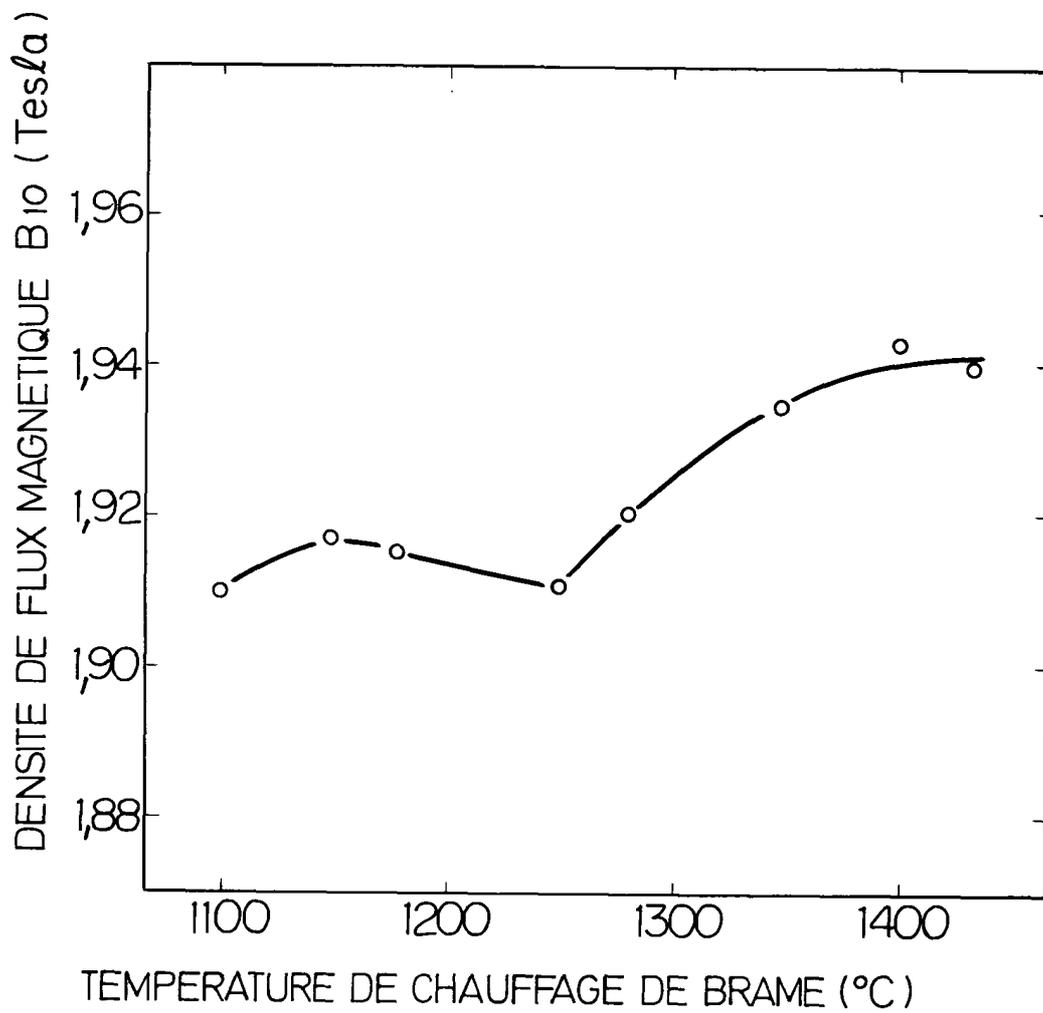
Fig. 5



BRUXELLES, le 23 septembre 1983
 P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION
 P. Pon. du Bureau GEVERS
 société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 6



BRUXELLES, le 23 septembre 1983

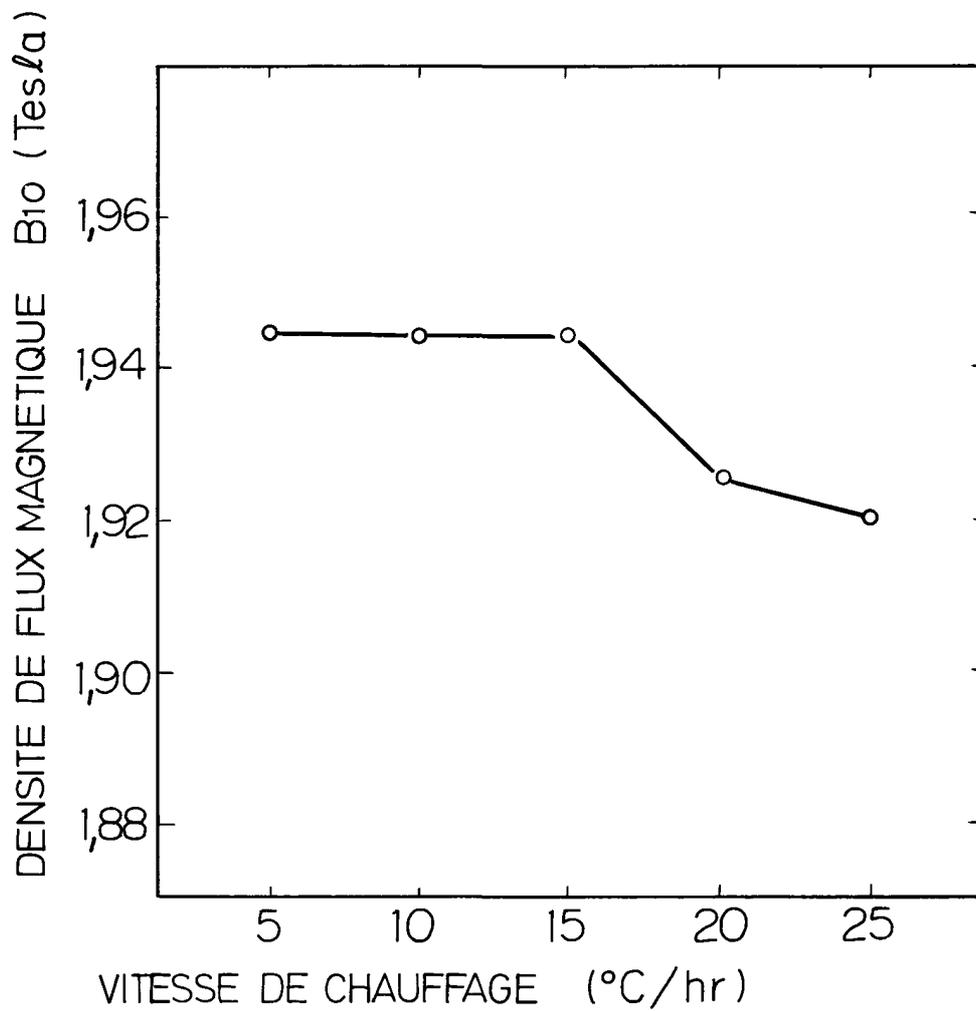
P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

P. Pon. du Bureau GEVER

société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 7



BRUXELLES, le 23 septembre 1983

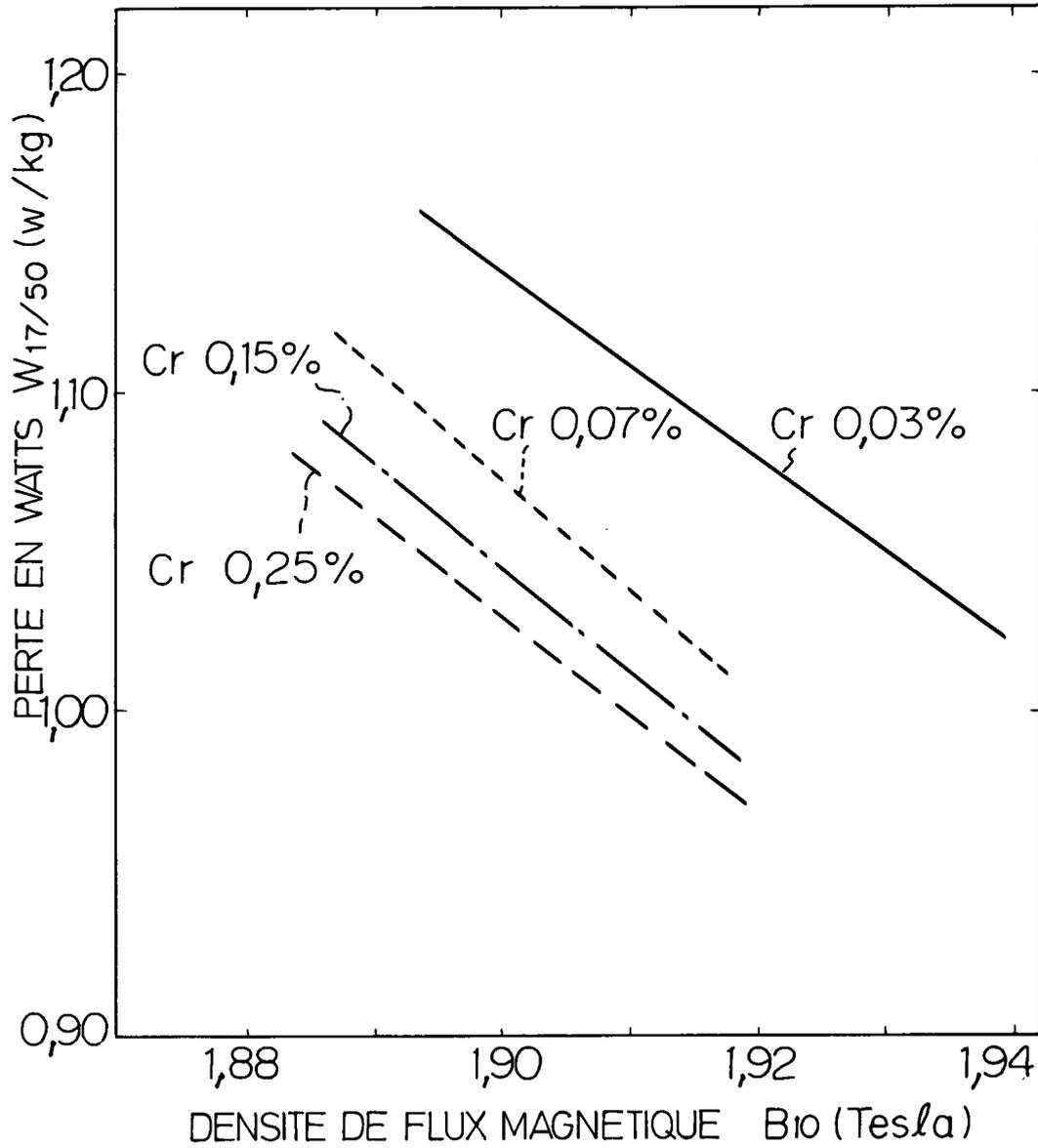
P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

P. Pon. du Bureau GEVER[®]

société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 8



BRUXELLES, le 23 septembre 1983

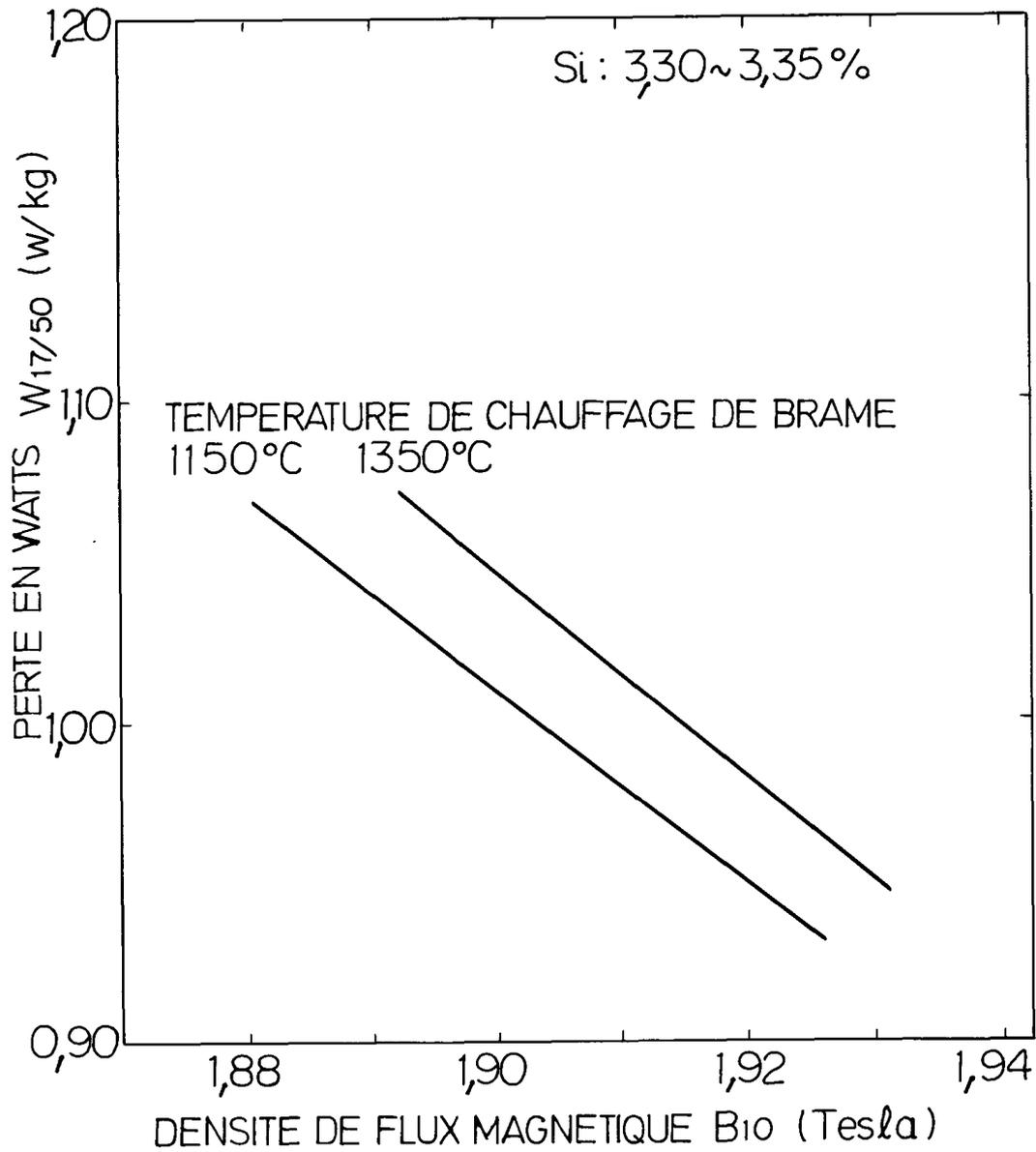
P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

P. Pon. du Bureau GEVERE

société anonyme

NIPPON STEEL CORPORATION

Fig. 9



BRUXELLES, le 23 septembre 1983

P. Pon. de NIPPON STEEL CORPORATION

 P. Pon. du Bureau GEVERS
 société anonyme
 