



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑲ Numéro de dépôt : **91400188.8**

⑤① Int. Cl.⁵ : **C21D 8/12**

⑳ Date de dépôt : **28.01.91**

③① Priorité : **06.02.90 FR 9001362**

④③ Date de publication de la demande :
14.08.91 Bulletin 91/33

⑧④ Etats contractants désignés :
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

⑦① Demandeur : **UGINE ACIERS DE CHATILLON
ET GUEUGNON**
La Défense 9, 4 Place de la Pyramide
F-92800 Puteaux (FR)

⑦② Inventeur : **Brissonneau, Pierre**
8, Place Saint-Eynard
F-38000 Grenoble (FR)
Inventeur : **Laverny, Jean-Luc**
1, Impasse des Branchettes
F-48200 St. Chey d'Apcher (FR)
Inventeur : **Perrier, Jean-Claude**
1, rue Col Vert
F-38320 Poisat (FR)
Inventeur : **Verdun, Jean**
75, Boulevard De Lattre de Tassigny
F-92150 Suresnes (FR)

⑦④ Mandataire : **Lanceplaine, Jean-Claude et al**
CABINET LAVOIX 2, Place d'Estienne d'Orves
F-75441 Paris Cédex 09 (FR)

⑤④ **Procédé d'aluminisation de tôles d'acier magnétique à grains orientés et tôles d'acier magnétique obtenues selon ce procédé.**

⑤⑦ Le procédé d'aluminisation d'une tôle d'acier magnétique à grains orientés ayant subi au moins un laminage à froid, au moins un recuit intermédiaire sous atmosphère d'hydrogène, suivis d'un recuit de décarburation, les grains de la tôle étant alors à l'état de recristallisation primaire, est caractérisé en ce qu'on effectue un dépôt d'aluminium sur ladite tôle entre deux étapes d'un recuit final dont la première étape réalise une recristallisation secondaire partielle ou totale des grains de la tôle et dont la seconde étape permet la diffusion de l'aluminium et l'élimination des impuretés.

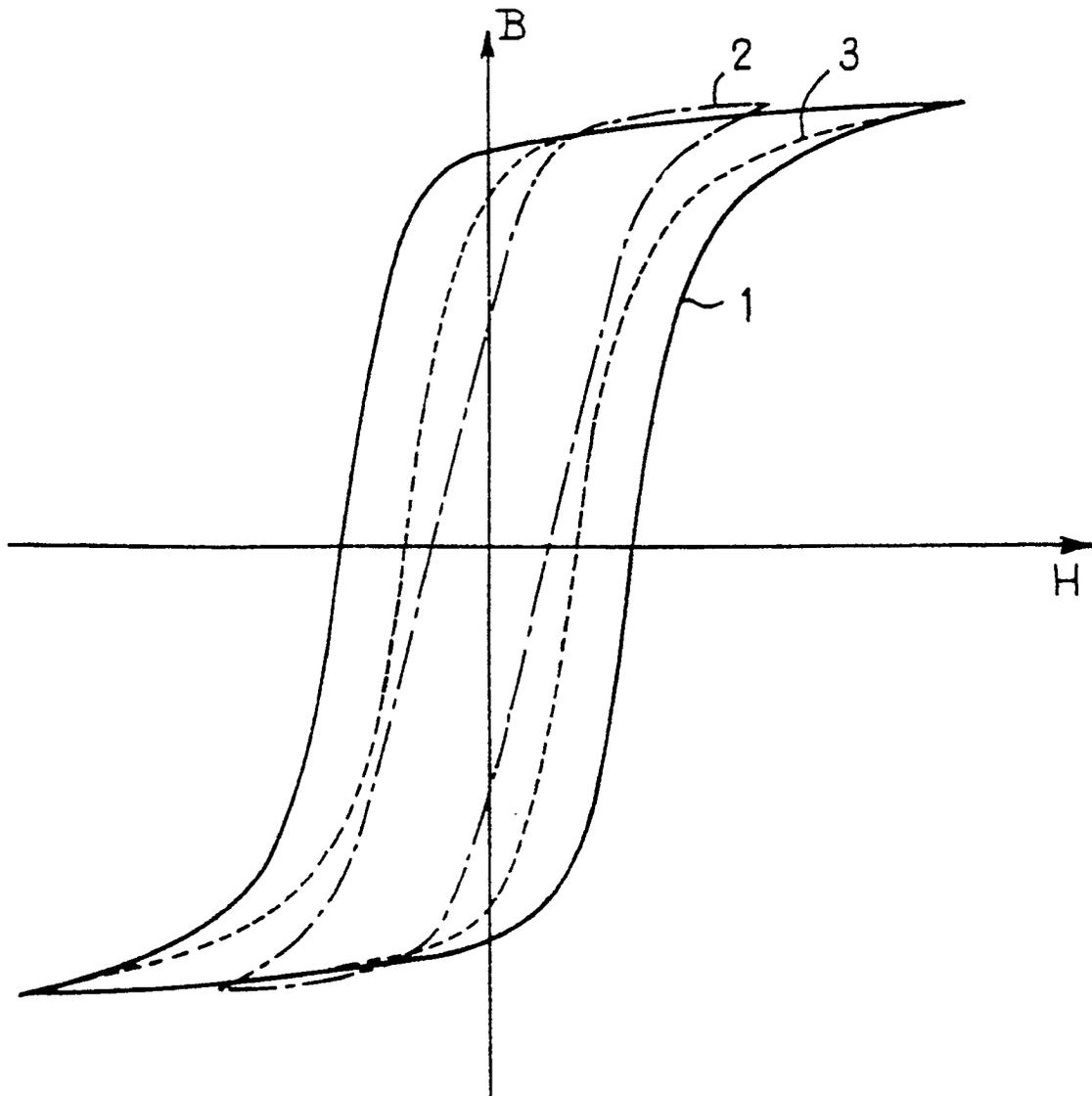


FIG. 2

**PROCEDE D'ALUMINISATION DE TOLES D'ACIER MAGNETIQUE A GRAINS ORIENTES ET
TOLES D'ACIER MAGNETIQUE OBTENUES SELON CE PROCEDE**

La présente invention a pour objet un procédé d'aluminisation de tôles d'acier magnétique à grains orientés.

Les tôles d'acier magnétique à grains orientés, par exemple à texture de GOSS, sont utilisées dans la construction des machines électriques, en particulier des transformateurs où leurs caractéristiques magnétiques jouent un rôle important.

Il est particulièrement avantageux de diminuer les pertes dans les tôles magnétiques utilisées dans les machines électriques, tant par hystérésis que par courants de Foucault, en augmentant la résistivité du métal par addition d'éléments d'alliages tels que l'aluminium et en tenant compte de l'épaisseur desdites tôles, qui est en rapport avec l'épaisseur de peau, elle même fonction des fréquences de travail envisagées.

La texture orientée doit être conservée impérativement après cette addition d'aluminium.

On connaît dans le FR-A-1 525 034, un procédé qui consiste à recouvrir la tôle sur chacune de ses faces d'une couche d'aluminium, de silicium, ou de germanium, à faire diffuser par traitement thermique cet élément dans la matrice, et à effectuer ensuite sur le métal ainsi obtenu un traitement thermique dans un champ magnétique pour améliorer la configuration des domaines de Weiss et obtenir la structure désirée.

Dans ce procédé, la diffusion s'effectue à une température comprise entre 750°C à 1050°C, plus particulièrement à 900°C pendant trois heures sous atmosphère d'hydrogène. Après ce traitement statique, un traitement de planage à chaud est indispensable. Ce dernier traitement thermique est effectué dans un four au passage à une température de l'ordre de 900°C, pendant quelques minutes, suivi d'un refroidissement dans un champ magnétique, lorsque la température est comprise entre 600°C et 300°C.

Un tel procédé présente l'inconvénient majeur de nécessiter un traitement thermique particulier à température élevée de manière à faire diffuser l'aluminium. L'étape d'aluminisation est une étape précédant l'élaboration de la texture des grains des tôles.

On connaît également dans le FR-A-2 067 409, un procédé de fabrication de tôles à grains orientés à hautes propriétés magnétiques dans le sens du laminage, à partir d'une bande d'acier apte à acquérir la texture de GOSS, mais ne la possédant pas encore, et cela grâce à une composition convenable de l'acier et à un laminage à froid approprié suivi d'un recuit de décarburation jusqu'à moins de 0,005% de carbone. On effectue sur ladite bande un dépôt d'aluminium, suivi d'une diffusion à chaud de cet aluminium dans toute la masse de la bande à traiter, en phase solide, cette diffusion de l'aluminium ayant lieu avant de réaliser à chaud la recristallisation secondaire en texture de GOSS.

La bande laminée à froid, décarburée, est enroulée avec une bande d'aluminium. Cet enroulement est suivi de deux traitements thermiques successifs, à deux températures différentes, pouvant ou non avoir lieu dans le même four, avec ou sans retour à la température ambiante entre les deux traitements. Le premier traitement, entre 600 et 800°C, réalise la diffusion de l'aluminium dans la bande à traiter, et le second traitement, entre 950 et 1250°C, réalise la recristallisation secondaire en texture de GOSS.

Dans les deux procédés décrits, l'étape de diffusion de l'aluminium est réalisée avant la recristallisation en texture de GOSS.

Le procédé selon la présente invention concerne la fabrication de tôles d'acier magnétique aluminisées à grains orientés, comprenant une opération d'aluminisation réalisée pendant le processus de recristallisation des grains de la tôle magnétique, ce qui, comparativement aux techniques antérieures précitées, supprime le traitement thermique spécifique de diffusion de l'aluminium dans la fabrication des tôles tout en maintenant la texture à grains orientés.

Dans ce but, le procédé d'aluminisation d'une tôle d'acier magnétique à grains orientés ayant subi au moins un laminage à froid, au moins un recuit sous atmosphère d'hydrogène, suivis d'un recuit de décarburation, les grains de la tôle étant alors à l'état de recristallisation primaire, est caractérisé en ce qu'on effectue un dépôt d'aluminium sur ladite tôle entre deux étapes d'un recuit final dont la première étape réalise une recristallisation secondaire partielle ou totale des grains de la tôle et dont la seconde étape permet la diffusion de l'aluminium et l'élimination des impuretés.

Le procédé est caractérisé en outre en ce que la première étape du recuit final comprend :

- une montée en température à environ 40°C par heure sous atmosphère de gaz neutre,
- un premier palier, dont la température est comprise entre 800°C et 1050°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures, sous atmosphère de gaz neutre,
- un refroidissement naturel sous gaz neutre,

et en ce que la deuxième étape du recuit final comprend :

- une montée de température rapide à environ 450°C par heure jusqu'à la température du premier palier,

puis une montée en température d'environ 40°C par heure,

– un second palier dont la température est comprise entre 1080°C et 1200°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures sous atmosphère d'hydrogène.

De préférence :

– la température du premier palier est de 890°C,

– la durée du premier palier est de quatre heures,

– la température du second palier est de 1180°C,

– la durée du second palier est de quatre heures.

Selon d'autres caractéristiques de l'invention :

– le dépôt d'aluminium est effectué à l'aide d'au moins un feuillard d'aluminium mis en contact avec la tôle,

– le dépôt d'aluminium est effectué par évaporation sous vide,

– le dépôt d'aluminium est effectué par trempage dans un bain d'aluminium fondu,

– après traitement, la teneur en aluminium dans la tôle est comprise entre 1 et 5%.

L'invention concerne également une tôle d'acier magnétique obtenue selon ce procédé.

Un tel procédé d'aluminisation est maintenant décrit en se référant à des essais comparatifs qui, au regard des dessins annexés, feront ressortir les caractéristiques de la tôle magnétique selon l'invention.

La figure 1 représente un exemple de profil de températures d'un recuit final.

La figure 2 représente trois cycles d'hystérésis correspondant à trois essais comparatifs d'aluminisation.

La figure 1 présente un exemple de profil de températures d'un recuit final comprenant une montée en température d'environ 40°C par heure. La tôle à traiter est alors placée sous une atmosphère de gaz neutre pouvant être par exemple de l'azote, et maintenue à un premier palier P_1 pouvant varier de trente minutes à cinq heures à une température T_1 comprise entre 800°C et 1050°C. Ce palier permet une germination des cristaux ayant par exemple l'orientation GOSS. Après le passage du palier P_1 , la tôle est refroidie de façon naturelle jusqu'à une température permettant un dépôt d'aluminium sous différentes formes telles qu'évaporation, trempage dans un bain fondu, contact de feuillards d'aluminium.

Ensuite, la tôle aluminisée est maintenue à un second palier P_2 , sous atmosphère d'hydrogène, pendant un temps compris entre trente minutes et cinq heures à une température T_2 comprise entre 1080°C et 1200°C.

La croissance de la température s'effectue à vitesse constante de 450°C par heure jusqu'à la température T_1 du palier P_1 , puis à 40°C par heure pour parvenir à la température T_2 du palier P_2 , le refroidissement se faisant ensuite de façon naturelle sous hydrogène.

A titre comparatif des échantillons prélevés sur une tôle Fe-Si 3% en bobine ont été soumis aux différents essais de traitement suivants :

1. traitement thermique de recuit final en deux étapes sans aluminisation,

2. aluminisation après le recuit en deux étapes suivi d'une opération de diffusion de l'aluminium,

3. aluminisation avant le recuit final en deux étapes,

4. aluminisation après la première étape du recuit final.

La tôle d'alliage Fe-Si 3% en bobine est élaborée à partir d'une tôle laminée à chaud de deux millimètres d'épaisseur soumis à :

a) un premier laminage à froid pour atteindre une épaisseur intermédiaire à 0,49 mm,

b) un recuit intermédiaire au passage à 950°C sous atmosphère d'hydrogène, suivi d'un second laminage à froid à l'épaisseur finale de 0,23 mm,

c) une décarburation au passage à 820°C sous une atmosphère d'hydrogène et d'azote,

d) une enduction d'un revêtement de magnésie (MgO) ou d'alumine (Al_2O_3),

e) et un recuit final en deux étapes, comprenant :

. un premier recuit de quatre heures à 890°C correspondant à la température T_1 du palier P_1 , sous une atmosphère d'azote, avec une montée en température lente à 40°C par heure, le recuit étant suivi d'un refroidissement naturel,

. un second recuit de quatre heures à 1100°C correspondant à la température T_2 du palier P_2 , sous une atmosphère d'hydrogène avec montée rapide jusqu'à la température T_1 , puis une montée lente à 40°C par heure, jusqu'à la température T_2 du palier P_2 , le recuit étant suivi d'un refroidissement naturel.

Il est nécessaire de recouvrir de façon superficielle les tôles d'un revêtement anticollant qui puisse être éliminé facilement. La texture des tôles n'est pas modifiée par l'utilisation d'un revêtement anticollant comme la magnésie ou l'alumine.

Les caractéristiques magnétiques, pertes magnétiques et induction B 800 (sous un champ d'excitation de 800 A/m) pour une tôle ayant subi le traitement thermique 1, sans aluminisation, sont indiqués dans le tableau I :

TABLEAU 1

5

	Pertes en mW/cm^3 Fe-Si 3%		Aimantation
	1 T	1,5 T	B800 en Tesla en courant continu
50 Hz	3,21	6,58	1,86
400 Hz	59,2	135	

L'aimantation à saturation $B_s = 2,01$ Tesla.

Le rapport $\frac{B_{800}}{B_s} = \frac{1,86}{2,01} = 0,925$

L'aluminium utilisé pour l'étape d'aluminisation est un feuillard dont la composition pondérale des éléments résiduels est la suivante :

Fer : 0,20% ; Silicium : 0,20 à 0,30% ; Titane : 0,015%

Le feuillard est, par ailleurs, à l'état recuit.

Par exemple, on utilise des feuillards d'aluminium de 9 microns d'épaisseur pour les tôles de 0,23 mm d'épaisseur. Après traitement, la teneur moyenne en aluminium est alors voisine de 1,3% et la densité des échantillons est proche de 7,52.

La densité des tôles aluminisées s'écarte de façon non négligeable de la densité de l'alliage Fe-Si 3% de base. Une juste comparaison des propriétés physiques exige d'exprimer les pertes par unité de volume, par exemple en mW/cm^3 .

Le traitement 2 d'aluminisation est réalisé en disposant un feuillard sur les deux faces de la tôle magnétique après que celle-ci ait subi les deux étapes du recuit final.

Il est donc nécessaire de réaliser sur cet ensemble tôle-feuillard un traitement thermique supplémentaire destiné à faire diffuser l'aluminium. L'opération de diffusion comprend les étapes suivantes :

- une montée en température de 40°C par heure,
- un palier de quatre heures à 1050°C sous gaz neutre.
- un refroidissement naturel sous gaz neutre.

Les caractéristiques magnétiques sont indiquées dans le tableau II ci-après :

55

Tableau II

5

10

15

20

	Pertes en mW/cm^3 Fe-Si 3% + 1,3% Al.		Aimantation
	1 T	1,5 T	B800 en Tesla en courant continu
50 Hz	2,86	6,32	1,813
400 Hz	55,2	125	

25

L'aimantation à saturation est alors $B_s=1,93$ Tesla.

Le rapport $\frac{B800}{B_s} = \frac{1,81}{1,93} = 0,937$

Ce rapport diffère très peu de celui obtenu avant aluminisation (Tableau 1). La texture n'est donc pas modifiée.

30

Le traitement 3 d'aluminisation est réalisé en disposant le feuillard d'aluminium sur les deux faces de la tôle avant les deux étapes du recuit final, comme préconisé dans le FR-A-2 067 409.

Les caractéristiques magnétiques obtenues sont regroupées dans le Tableau III ci-après.

35

Tableau III

40

45

50

	Pertes en mW/cm^3 Fe-Si 3% + 1,3% Al.		Aimantation
	1 T	1,5 T	B800 en Tesla en courant continu
50 HZ	3,91	9,70	1,598

55

L'aimantation à saturation est $B_s = 1,93$

Le rapport $\frac{B800}{B_s} = 0,827$

L'aluminisation avant les deux étapes du recuit final joue un rôle très défavorable sur les mécanismes de recristallisation secondaire. En observation macrographique, les grains apparaissent irréguliers, de petite taille, tels qu'ils sont après le stade de croissance primaire. Les caractéristiques en pertes magnétiques confirment

que le procédé d'aluminisation avant les deux étapes du recuit final donne des résultats moins bons que dans l'essai de recuit final sans aluminium.

5 Le traitement 4 d'aluminisation selon l'invention est réalisé en disposant le feuillard d'aluminium sur les deux faces de la tôle entre les deux étapes du recuit final, c'est-à-dire après une recristallisation secondaire des grains de la tôle.

Les caractéristiques magnétiques sont regroupées dans le tableau IV ci-après.

10

TABLEAU IV

	Pertes en mW/cm^3 Fe-Si 3% + 1,3% Al.		Aimantation
	1 T	1,5 T	B800 en Tesla en courant continu
15	50 Hz	2,92	6,39
20	400 Hz	56,80	131
25			1,80
30			

35 L'aimantation à saturation est $B_s = 1,93$

Le rapport $\frac{B_{800}}{B_s} = 0,935$

40 Les caractéristiques magnétiques mises en évidence lors du traitement 3 et regroupées dans le tableau III confirment que le procédé d'aluminisation, avant recuit final, n'améliore pas les caractéristiques en pertes de la tôle. C'est la raison pour laquelle il a été procédé, en découpant en deux étapes le recuit final de recristallisation secondaire, à l'addition de l'aluminium au stade intermédiaire, c'est à dire après que les mécanismes de recristallisation secondaire se soient développés au moins partiellement.

La germination de la texture s'accomplit au cours de la première étape du recuit final durant laquelle les mécanismes de recristallisation ont pu intervenir.

45 Cette étude montre que l'aluminisation réalisée au cours du recuit final, donne des résultats sensiblement identiques à ceux obtenus avec une aluminisation réalisée après le recuit final.

Le dépôt d'aluminium peut être effectué soit par évaporation sous vide, soit par trempage dans un bain d'aluminium fondu.

50 Après traitement, la teneur en aluminium dans la tôle est comprise entre 1 et 5%, et égale à 1,3% dans l'exemple.

Les variations du cycle d'hystérésis représenté sur la figure 2 pour une induction $B = 1,5$ Tesla en fonction de l'aluminisation montre l'intérêt d'un tel procédé.

Sur cette figure 2, les courbes représentent des cycles d'hystérésis des alliages Fe-Si (traitement 1) et Fe-Si-Al : (traitements 2 et 4).

- 55
- la courbe 1 représente le cycle de l'alliage Fe-Si avant aluminisation et après l'opération de recuit final,
 - la courbe 2 représente le cycle d'hystérésis de l'alliage Fe-Si-Al pour un traitement l'aluminisation après le recuit en deux étapes suivi d'une opération de diffusion de l'aluminium,
 - la courbe 3 représente le cycle d'hystérésis de l'alliage Fe-Si-Al après aluminisation, l'aluminisation étant effectuée après la première étape du recuit final.

On constate que les différences entre les cycles d'hystérésis pour les deux procédés d'aluminisation sont

faibles et que la variation entre les deux cycles avec aluminisation et le cycle Fe-Si sans aluminium est importante.

5 Une tôle d'épaisseur 0,23 mm utilisée dans des dispositifs travaillant notamment à 400 Hz est le siège de courants induits importants qui génèrent des pertes supplémentaires et limitent le temps de réponse dans, par exemple, des circuits de commande utilisant des composants de puissance semi-conducteur. Dans ces conditions on a tout intérêt à travailler avec des matériaux de plus faible épaisseur.

Dans un autre exemple, il a été réalisé une tôle d'acier magnétique à grains orientés par le procédé selon l'invention correspondant au traitement 4, la tôle ayant une épaisseur d'environ 0,15 mm.

10 Les caractéristiques de la tôle ainsi réalisée sont regroupées dans le tableau V ci-après.

TABLEAU V

15

	Pertes en mW/cm^3 Fe-Si 3% + 1,5% Al		Aimentation
	1 T	1,5 T	B 800 en Tesla au courant Continu
20			
25			
30	50 Hz	5,69	1,81
35	400 Hz	101	

40 On remarque que la tôle magnétique de 0,15mm obtenue par le procédé présente une diminution substantielle des caractéristiques en pertes magnétiques en comparaison aux caractéristiques en pertes de tôles d'épaisseur de 0,23 mm obtenue par le même procédé.

Le procédé selon l'invention permet une aluminisation des tôles à grains orientés au cours de leur élaboration en utilisant la deuxième étape du recuit final pour assurer la diffusion de l'aluminium et l'élimination du soufre et autres impuretés.

45 De plus, ce procédé permet une économie importante, notamment d'énergie, en supprimant une étape de traitement thermique à haute température, en comparaison avec le procédé matérialisé par la courbe 2.

Les températures de traitement thermique et les durées sont susceptibles d'évoluer en fonction des épaisseurs et des compositions initiales des tôles à aluminiser, l'exemple qui vient d'être donné concerne des tôles magnétiques à grains orientés couramment utilisées.

50 De même, le dépôt d'aluminium est réalisé au moyen de feuilards, mais des résultats identiques sont obtenus par dépôt sous vide ou trempage dans un bain d'aluminium fondu.

55 Revendications

1. Procédé d'aluminisation d'une tôle d'acier magnétique à grains orientés ayant subi au moins un laminage à froid, au moins un recuit sous atmosphère d'hydrogène, suivis d'un recuit de décarburation, les grains de la tôle étant alors à l'état de recristallisation primaire, caractérisé en ce qu'on effectue un dépôt d'aluminium sur ladite tôle entre deux étapes d'un recuit final dont la première étape réalise une recristallisation

secondaire partielle ou totale des grains de la tôle et dont la seconde étape permet la diffusion de l'aluminium et l'élimination des impuretés.

5

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la première étape du recuit final comprend :
- une montée en température à environ 40°C par heure sous atmosphère de gaz neutre,
 - un palier P_1 , dont la température T_1 est comprise entre 800°C et 1050°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures, sous atmosphère de gaz neutre,

10

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la température T_1 du palier P_1 est de 890°C.

4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la durée du palier P_1 est de quatre heures.

15

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la deuxième étape de recuit final comprend :
- une montée de température rapide à environ 450°C par heure jusqu'à la température T_1 , puis une montée en température d'environ 40°C par heure,
 - un palier P_2 dont la température T_2 est comprise entre 1080°C et 1200°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures sous atmosphère d'hydrogène,

20

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la température T_2 du palier P_2 est de 1180°C.

25

7. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la durée du palier P_2 est de quatre heures.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le dépôt d'aluminium est effectué à l'aide d'au moins un feuillard d'aluminium mis en contact avec la tôle.

30

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le dépôt d'aluminium est effectué par évaporation sous vide.

10. Procédé selon l'une des revendications de 1 à 7, caractérisé en ce que le dépôt d'aluminium est effectué par trempage dans un bain d'aluminium fondu.

35

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'après traitement, la teneur en aluminium dans la tôle est comprise entre 1 et 5%.

40

12. Tôle d'acier magnétique à grains orientés caractérisé en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon les revendications 1 à 11.

45

50

55

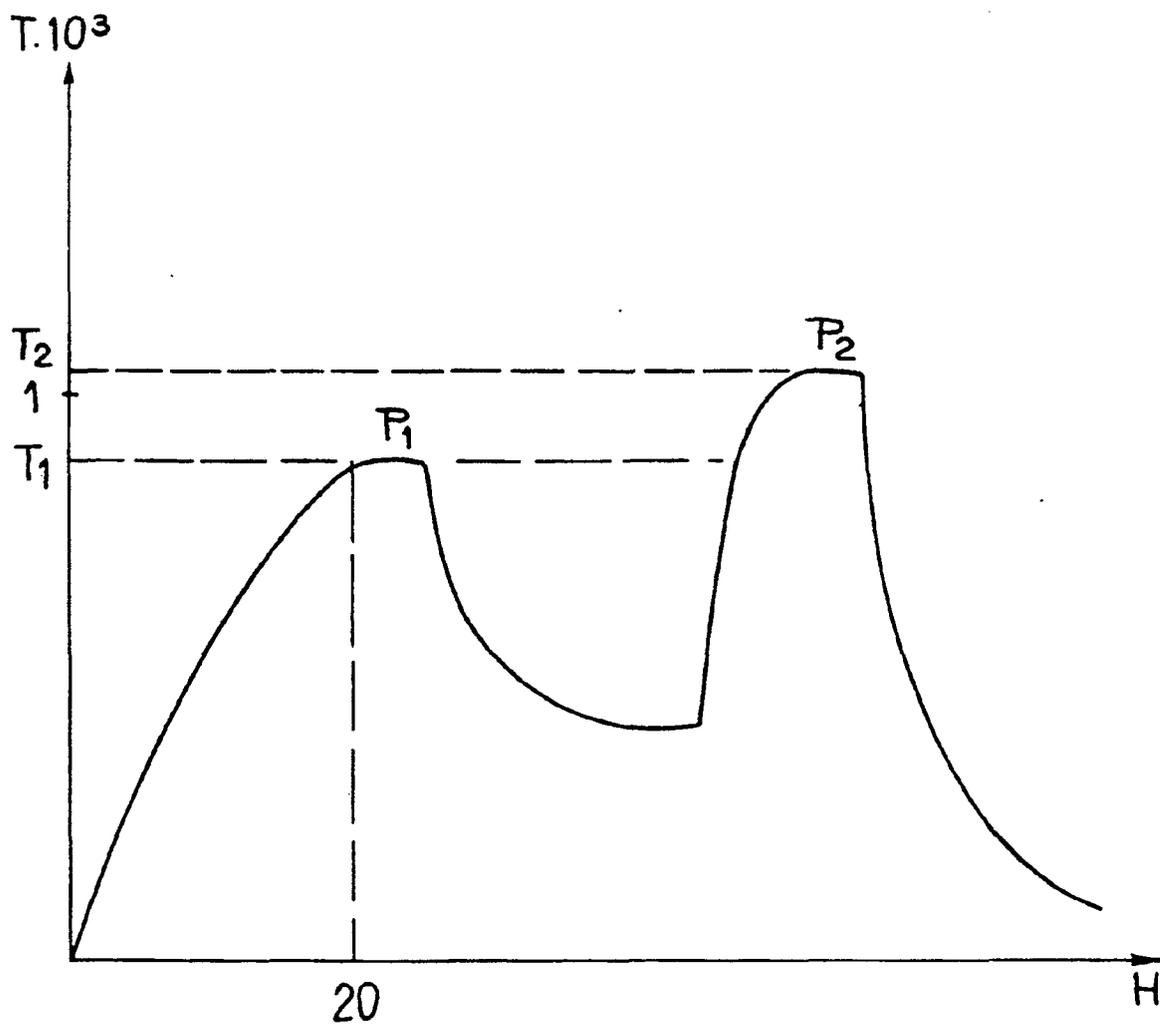


FIG. 1

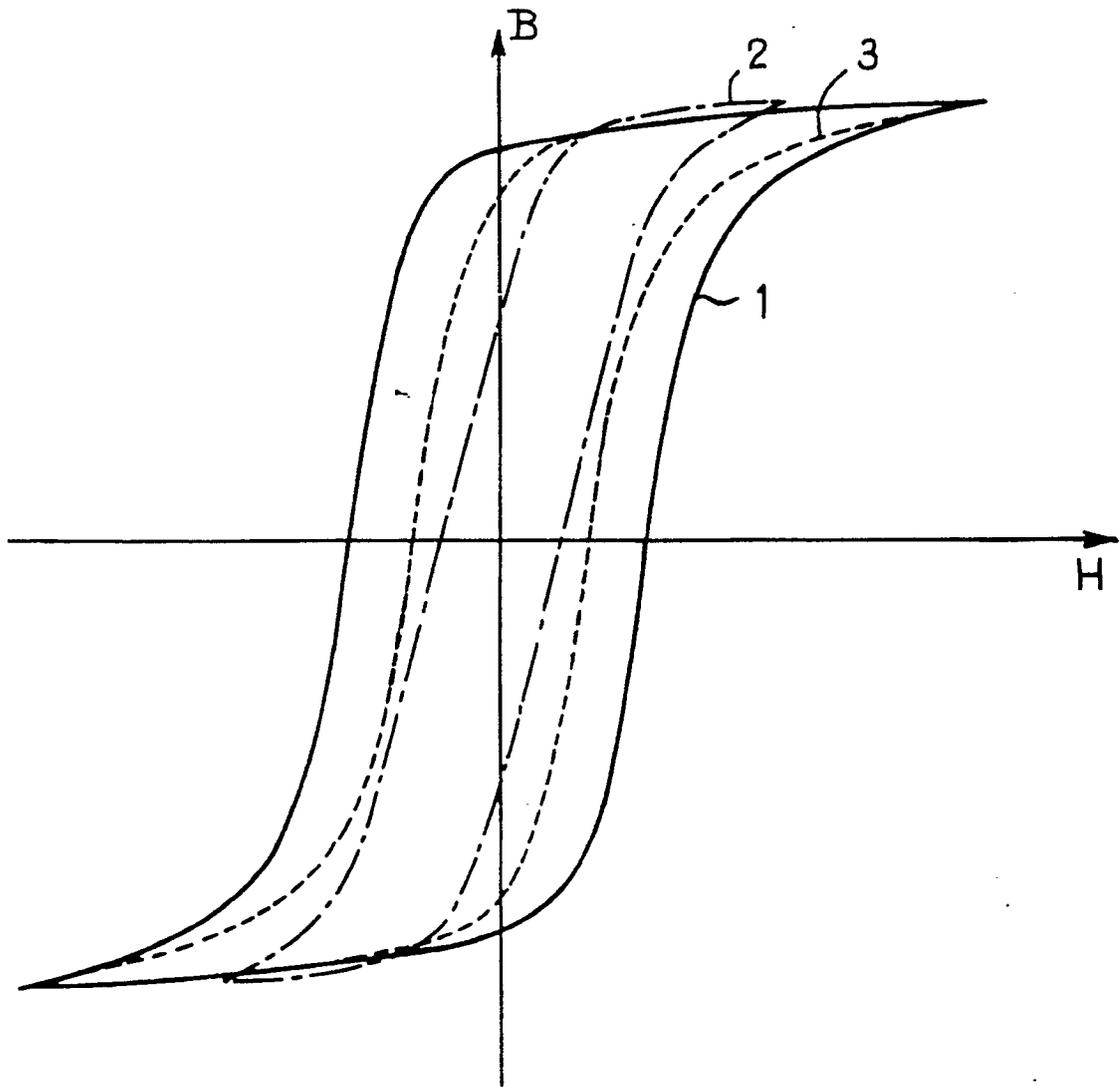


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 0188

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X, D	FR-A-1 525 034 (COMPAGNIE DES ATELIERS ET FORGES DE LA LOIRE) * Page 3, colonne de gauche, lignes 5-28; revendications 1,2 *	1,8-10	C 21 D 8/12
A, D	FR-A-2 067 409 (CREUSOT-LOIRE)		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 21 D C 23 C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 08-05-1991	Examineur WITTLAD U.A.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 03.82 (P/9402)