



⑫ **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet :  
**27.07.94 Bulletin 94/30**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **C21D 8/12**

②① Numéro de dépôt : **91400188.8**

②② Date de dépôt : **28.01.91**

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

③⑩ Priorité : **06.02.90 FR 9001362**

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

④⑤ Mention de la délivrance du brevet :  
**27.07.94 Bulletin 94/30**

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

⑤⑥ Documents cités :  
**FR-A- 1 525 034**  
**FR-A- 2 067 409**

⑦③ Titulaire : **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. Chely 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)**

**EP 0 441 674 B1**

Il est rappelé que : Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

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

5 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.

25 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, 35 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.

50 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,

55 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<sub>1</sub> pouvant varier de trente minutes à cinq heures à une température T<sub>1</sub> 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<sub>1</sub>, 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<sub>2</sub>, sous atmosphère d'hydrogène, pendant un temps compris entre trente minutes et cinq heures à une température T<sub>2</sub> 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<sub>1</sub> du palier P<sub>1</sub>, puis à 40°C par heure pour parvenir à la température T<sub>2</sub> du palier P<sub>2</sub>, 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),
- e) et un recuit final en deux étapes, comprenant :

- . un premier recuit de quatre heures à 890°C correspondant à la température T<sub>1</sub> du palier P<sub>1</sub>, 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<sub>2</sub> du palier P<sub>2</sub>, sous une atmosphère d'hydrogène avec montée rapide jusqu'à la température T<sub>1</sub>, puis une montée lente à 40°C par heure, jusqu'à la température T<sub>2</sub> du palier P<sub>2</sub>, 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

10

15

20

25

	Pertes en mW/cm <sup>3</sup> 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 Bs = 2,01 Tesla.

30

$$\text{Le rapport } \frac{B800}{B_s} = \frac{1,86}{2,01} = 0,925$$

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%

35

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.

40

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<sup>3</sup>.

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.

45

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 :

50

55

Tableau II

5

10

15

20

	Pertes en mW/cm <sup>3</sup> 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	

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

25

$$\text{Le rapport } \frac{B_{800}}{B_s} = \frac{1,81}{1,93} = 0,937$$

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

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.

30

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

Tableau III

35

40

45

50

	Pertes en mW/cm <sup>3</sup> 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

L'aimantation à saturation est Bs = 1,93

55

$$\text{Le rapport } \frac{B_{800}}{B_s} = 0,827$$

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 confir-

ment 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.

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.

TABLEAU IV

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

L'aimantation à saturation est Bs = 1,93

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

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.

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.

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).

- 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.

10 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.

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

TABLEAU V

15

20

25

30

35

Pertes en mW/cm <sup>3</sup> Fe-Si 3% + 1,5% Al		Aimantation
	1 T	1,5 T
		B 800 en Tesla au courant Continu
50 Hz		5,69
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.

45 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.

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.

50 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.

De même, le dépôt d'aluminium est réalisé au moyen de feuillards, 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'alu-

minium 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<sub>1</sub>, dont la température T<sub>1</sub> est comprise entre 800°C et 1050°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures, sous atmosphère de gaz neutre,
- 10
- un refroidissement naturel sous gaz neutre,
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la température T<sub>1</sub> du palier P<sub>1</sub> est de 890°C.
4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la durée du palier P<sub>1</sub> 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<sub>1</sub>, puis une montée en température d'environ 40°C par heure,
  - un palier P<sub>2</sub> dont la température T<sub>2</sub> est comprise entre 1080°C et 1200°C et la durée entre une demi-heure et cinq heures sous atmosphère d'hydrogène,
- 20
- un refroidissement naturel sous hydrogène.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la température T<sub>2</sub> du palier P<sub>2</sub> est de 1180°C.
7. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la durée du palier P<sub>2</sub> est de quatre heures.
- 25
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.
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le dépôt d'aluminium est effectué par évaporation sous vide.
- 30
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.
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%.
- 35
12. Tôle d'acier magnétique à grains orientés caractérisé en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon les revendications 1 à 11.

40

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Aluminisierung eines magnetischen Stahlbleches mit orientiertem Korn, welches wenigstens einer Kaltwalzung, wenigstens einem Glühen in Wasserstoffatmosphäre, gefolgt von einem Entkohlungsglühen, unterworfen worden ist, wobei die Körner des Blechs dann im Zustand der Primärrekristallisation sind, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ablagerung von Aluminium auf dem Blech zwischen zwei Fertigglühschritten bewirkt wird, von denen der erste Schritt eine teilweise oder vollständige Sekundärrekristallisation der Körner des Bleches bewirkt, und von denen der zweite Schritt die Diffusion von Aluminium und die Beseitigung von Verunreinigungen gestattet.
- 45
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Fertigglühschritt
- eine Temperaturerhöhung bei etwa 40°C pro Stunde in Neutralgasatmosphäre,
  - eine Stufe P<sub>1</sub>, deren Temperatur T<sub>1</sub> zwischen 800°C und 1050°C und deren Dauer zwischen einer halben Stunde und fünf Stunden liegt, in Neutralgasatmosphäre,
- 50
- eine natürliche Abkühlung unter Neutralgas aufweist.
- 55
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur T<sub>1</sub> der Stufe P<sub>1</sub> 890°C beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Dauer der Stufe P<sub>1</sub> vier Stunden beträgt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der zweite Fertigglühschritt
- ein rasches Anheben der Temperatur bei etwa 450°C pro Stunde auf die Temperatur  $T_1$  des ersten Schritts, dann ein Anhaben der Temperatur bei etwa 40°C pro Stunde,
  - ein rasches Anheben der Temperatur bei etwa 450°C pro Stunde auf die Temperatur  $T_1$  des ersten Schritts, dann ein Anhaben der Temperatur bei etwa 40°C pro Stunde,
  - eine Stufe  $P_2$ , deren Temperatur  $T_2$  zwischen 1080°C und 1200°C und deren Dauer zwischen einer halben Stunde und fünf Stunden in Wasserstoffatmosphäre liegt,
  - eine natürliche Abkühlung unter Wasserstoff aufweist.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur  $T_2$  der Stufe  $P_2$  1180°C beträgt.
7. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Dauer der Stufe  $P_2$  vier Stunden beträgt.
8. Verfahren nach irgendeinem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Ablagerung von Aluminium mit Hilfe wenigstens eines mit dem Blech in Berührung gebrachten Aluminiumbandes bewirkt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Ablagerung von Aluminium durch Aufdampfen unter Vakuum bewirkt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Ablagerung von Aluminium durch Tauchen in eine Aluminiumschmelze erfolgt.
11. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Behandlung der Gehalt an Aluminium im Blech zwischen 1 und 5% beträgt.
12. Blech aus magnetischem Stahl mit orientiertem Korn, dadurch gekennzeichnet, daß es durch das Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 11 gewonnen ist.

30

### Claims

1. Process of aluminization of a sheet of magnetic steel with oriented grains which has undergone at least one cold rolling, at least one annealing under a hydrogen atmosphere, followed by a decarbonization annealing, the grains of the sheet then being in the state of primary recrystallization, characterized in that aluminium is deposited on the said sheet between two stages of a final annealing, the first stage of which brings about partial or total secondary recrystallization of the grains of the sheet and the second stage of which permits diffusion of the aluminium and elimination of impurities.
2. Process according to claim 1, characterized in that the first stage of the final annealing comprises:
- an increase in temperature of about 40°C per hour under an atmosphere of neutral gas,
  - a holding step  $P_1$ , at which the temperature  $T_1$  is between 80°C and 1050°C and which lasts between half an hour and five hours, under an atmosphere of neutral gas,
  - a natural cooling under neutral gas, (sic)
3. Process according to claim 2, characterized in that the temperature  $T_1$  of the holding step  $P_1$  is 890°C.
4. Process according to claim 2, characterized in that the duration of the holding step  $P_1$  is four hours.
5. Process according to claim 1, characterized in that the second stage of the final annealing comprises:
- a rapid increase in temperature of about 450°C per hour up to the temperature  $T_1$  of the first stage, then an increase in temperature of about 40°C per hour,
  - a holding step  $P_2$ , at which the temperature  $T_2$  is between 1080°C and 1200°C and which lasts between half an hour and five hours under a hydrogen atmosphere,
  - a natural cooling under hydrogen.
6. Process according to claim 5, characterized in that the temperature  $T_2$  of the holding step  $P_2$  is 1180°C.
7. Process according to claim 5, characterized in that the duration of the holding step  $P_2$  is four hours.

8. Process according to any of the preceding claims, characterized in that the aluminium deposition is carried out by means of at least one aluminium foil placed in contact with the sheet.
- 5 9. Process according to one of claims 1 to 7, characterized in that the aluminium deposition is carried out by vacuum evaporation.
10. Process according to one of claims 1 to 7, characterized in that the aluminium deposition is carried out by immersion in a bath of molten aluminium.
- 10 11. Process according to one of the preceding claims, characterized in that, after treatment, the aluminium content in the sheet is between 1 and 5%.
12. Sheet of magnetic steel with oriented grains, characterized in that it is obtained by the process according to claims 1 to 11.
- 15

20

25

30

35

40

45

50

55

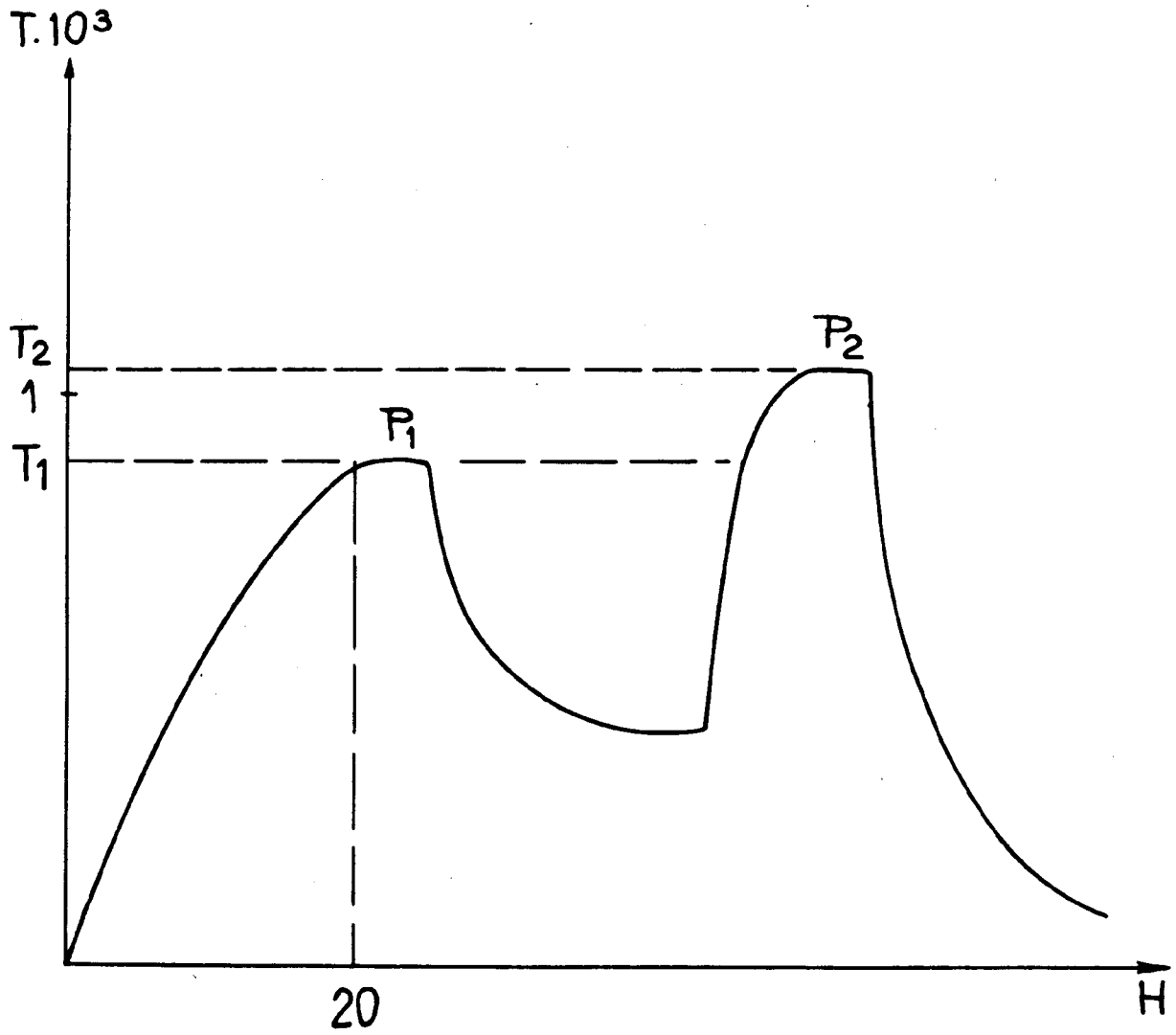


FIG. 1

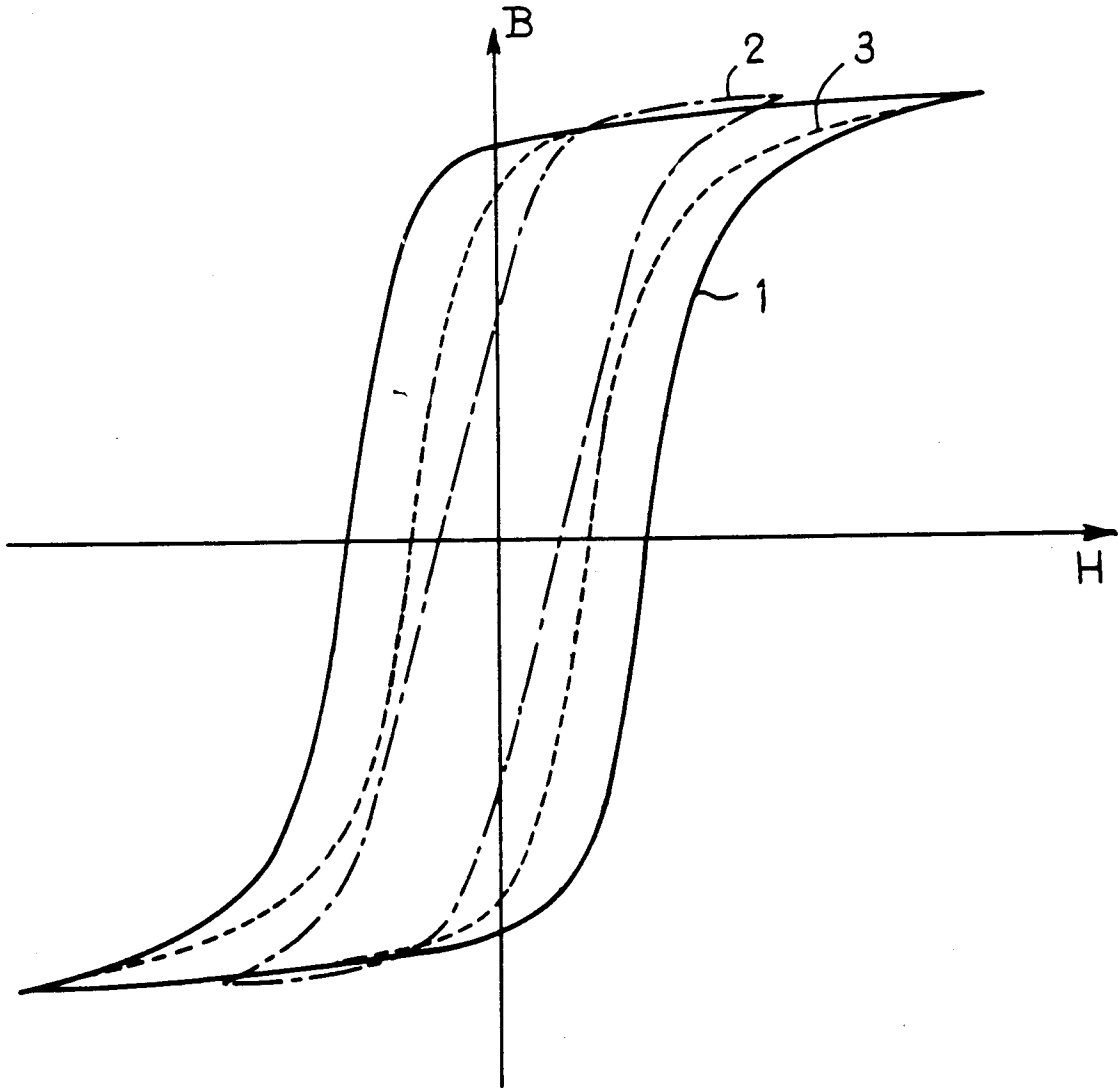


FIG. 2