

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 26034 A1** (51) Cl. internationale : **C21D 9/663; C21D 9/46**
(43) Date de publication : **01.04.2004**

(21) N° Dépôt : **25704**
(22) Date de Dépôt : **26.07.1999**
(30) Données de Priorité : **28.07.1998 JP 10-212177**
(71) Demandeur(s) : **KAWASAKI STEEL CORPORATION., 1-28, Kitahonmachidori 1-Chome, Chuo-Ku, Kobe-shi HYOGO 651-0075 (JP)**
(72) Inventeur(s) : **KUSUO FURUKAWA ; AKIRA UMETSU ; HIROYUKI KAITO ; HIDENHIKO KIMISHIMA**
(74) Mandataire : **TMP AGENTS**

(54) Titre : **BOITE DE FOUR A RECUIRE, METHODE POUR RECUIRE UNE TOLE UTILISANT LA MEME ET LA TOLE RECUITE.**
(57) Abrégé : Un four de recuit pour recuire une tôle comprend une unité d'élimination d'oxygène pour éliminer l'oxygène de l'atmosphère dans un four de recuit, avec un système de circulation de gaz pour extraire l'atmosphère du four de recuit, traiter le gaz et réapprovisionner le gaz désoxydé au four de recuit de la boîte. Le four de recuit de boîte peut également comprendre une unité d'élimination d'humidité pour éliminer l'humidité du gaz. L'unité d'élimination d'oxygène et l'unité d'élimination d'humidité peuvent éliminer de manière fiable l'oxygène et l'humidité du gaz et supprimer la formation, pendant le recuit, d'un film d'oxyde sur une feuille de métal ferreux.

RESUME DE L'INVENTION

Un fourneau-caisson de recuisson destiné à recuire une plaque métallique, et qui comporte une unité d'élimination d'oxygène assurant l'élimination de l'oxygène de l'atmosphère gazeuse présente à l'intérieur du fourneau-caisson de recuisson, avec un système de circulation de gaz destiné à retirer l'atmosphère du fourneau-caisson de recuisson pendant le processus de recuisson, à traiter le gaz, et à réalimenter le gaz désoxydé vers le fourneau-caisson de recuisson. Le fourneau-caisson de recuisson peut comporter également une unité d'élimination d'humidité à partir du gaz. L'unité d'élimination d'oxygène et l'unité d'élimination d'humidité peut éliminer, avec une grande fiabilité, l'oxygène et l'humidité à partir du gaz, et supprimer, pendant la recuisson, la formation de couche mince d'oxyde sur une plaque métallique ferreuse.

Boîte de four à recuire, méthode pour recuire une
tôle utilisant la même et la tôle recuite

PRINCIPE DE L'INVENTION

1. Domaine de l'invention

Cette invention porte sur un fourneau-caisson de recuisson destiné à recuire les plaques métalliques se présentant, par exemple, sous forme de plaques en acier carbonique, laminées à froid. Cette invention porte également sur une méthode de fabrication de plaques métalliques, y compris les bandes et les rouleaux, outre les plaques découpées, tout en utilisant le fourneau objet de la présente invention. L'invention porte aussi sur les produits de cette méthode, laminés à froid et recuits.

2. Description de l'art en la matière

Les plaques en acier inoxydable et en acier résistant à la chaleur, laminées à froid peuvent être produites par laminage à chaud, recuisson à chaud et décapage, recuisson de finition à froid et décapage à la fois, et laminage superficiel. La procédure de recuisson de finition et décapage comporte, en général, une recuisson en continu, un décapage, et une recuisson-polissage en continu.

26034
N. 7. 1971

Toutefois, une telle ligne de production en continu est utile lorsqu'il s'agit d'une production en série. celle-ci ne paraît pas appropriée pour une production de petite taille du type par lots. Aussi, une ligne en continu ne semble pas être appropriée pour la production de plaques en acier carbonique ou en acier résistant à la chaleur, laminées à froid dans la mesure où l'on utilise une ligne de production par laminage à froid pour l'acier carbonique ou pour l'acier en général.

Au lieu de la recuisson de finition (recuisson-laminage à froid) et le décapage nécessitant d'énormes installations, l'utilisation de la recuisson en caisson (appelée généralement "recuisson en cloche" ou "recuisson par lots") est dans plusieurs cas avantageuse du point de vue économique

Une plaque ou un rouleau en acier inoxydable ou en acier carbonique, laminé(e) à froid est soumis(e) à une recuisson de finition pendant une longue période suivant une procédure de recuisson en caisson, dans laquelle, la teneur en oxygène et le point de saturation dans l'atmosphère du fourneau ne sont pas suffisamment réduits. Ainsi, une couche mince d'oxyde dont l'épaisseur est supérieure ou égale à 4.000 Å peut se former sur l'acier pendant la recuisson de finition. Cette couche mince d'oxyde provoque l'apparition de plusieurs défauts dans la plaque en acier inoxydable ou en acier résistant à la chaleur, dont l'un est la décoloration superficielle, connue souvent sous le nom de "décoloration de trempage". Un autre défaut grave

consiste également dans la détérioration de la résistance à la corrosion (voir la Figure 4, discutée ci-après). Par conséquent, la recuisson en caisson n'est pas utilisée actuellement comme recuisson de finition dans les procédés de fabrication de plaques en acier inoxydable ou en acier résistant à la chaleur, laminées à froid.

Concernant les plaques métalliques laminées à froid, la décoloration de trempage est également observée dans l'acier à haute teneur en manganèse (teneur en manganèse : 0.5 à 1.0% en poids), et dans l'acier à haute teneur en niobium (teneur en niobium : 0.2 à 0.5 % en poids). A titre d'exemple, et comme indiqué dans la Fig. 7, la recuisson de l'acier à haute teneur en manganèse dans un mélange hydrogène-azote (7% d'hydrogène et 93 % d'azote, en volume) sous forme d'atmosphère gazeuse de recuisson et sous des conditions de trempage à 680°C pendant 30 heures, crée une décoloration de trempage brune-jaunâtre au niveau de la zone 20, laquelle se situe approximativement à une distance de 150 à 300 mm des extrémités des plaques. Aussi, une décoloration de trempage blanche se forme dans la zone 21 à une distance de 50 mm des extrémités des plaques.

Les méthodes proposées pour éviter ce phénomène de décoloration de trempage comportent l'élimination physique et chimique de la source d'oxygène, telle qu'en améliorant, par exemple l'étanchéité du fourneau aux gaz, et en réduisant la quantité d'air résiduel dans le fourneau par évacuation des gaz depuis le fourneau avant la recuisson.

En outre, la Demande de Brevet Japonais "Laid-Open "No.54-102222 préconise le placement du cuivre pur dans le fourneau comme moyen d'éliminer le H₂O par une réaction de réduction. Et même si le cuivre pur absorbe faiblement l'oxygène de l'atmosphère du fourneau par oxydation en une étape initiale du processus de recuisson, l'oxyde de cuivre résultant du processus de recuisson devient plus réduit pendant l'étape de trempage à haute température, et fait apparaître l'oxygène dû à la faible affinité entre le cuivre et l'oxygène. L'oxygène apparaissant dans l'atmosphère du fourneau provoque l'oxydation superficielle de l'acier pendant le refroidissement.

OBJET DE L'INVENTION

Par conséquent, l'un des objets de la présente invention est de fournir un fourneau-caisson capable d'éliminer, de manière fiable et continue, l'oxygène et l'humidité de l'atmosphère du fourneau, et une méthode de fabrication de plaques métalliques recuites par laminage à froid en utilisant ce fourneau-caisson de recuisson, dans lequel la formation d'une couche mince d'oxyde sur l'acier est réduite à un niveau négligeable pendant le processus de recuisson en caisson.

D'autres objets et avantages de la présente invention deviendront apparents aux professionnels en la matière à partir des schémas, de la description détaillée et des revendications ci-jointes.

SOMMAIRE DE L'INVENTION

Le fourneau-caisson de recuisson est particulièrement efficace pour la recuisson d'une plaque métallique en utilisant un dispositif d'élimination d'oxygène destiné à éliminer l'oxygène du mélange gazeux déjà présent dans le fourneau-caisson de recuisson, ou dans le système de circulation de gaz connecté au fourneau-caisson de recuisson destiné à assurer l'évacuation des gaz depuis ce dernier.

Il est également efficace dans la réalimentation du gaz vers le fourneau-caisson de recuisson après avoir été traité.

Cette invention porte également sur une méthode de recuisson d'une plaque métallique laminée à froid en positionnant cette plaque dans un fourneau-caisson de recuisson, et en introduisant le gaz de traitement dans le fourneau suivant un mode particulier, et en chauffant la plaque métallique selon une procédure de chauffage particulière.

Un autre aspect important de la présente invention est le fait de créer une recuisson particulière dans le nouveau fourneau-caisson de recuisson prévu par la présente invention.

DESCRIPTION BREVE DES SCHEMAS

Fig.1 est un bloc-diagramme d'une inclusion d'un fourneau-caisson conformément à la présente invention ;

Fig.2 est un autre bloc-diagramme d'un fourneau décrit dans l'exemple 1 de la spécification;

Fig.3 comprend deux graphes combinés. l'un concerne le mode de chauffage pris à partir de l'Exemple 1 et un mode de chauffage conventionnel. et l'autre concerne un graphe illustrant les variations de la teneur en oxygène et du point de saturation dans les gaz du fourneau.

Fig.4 est un graphe illustrant le rapport entre l'épaisseur d'une couche mince d'oxyde et la résistance à la corrosion dans l'exemple 1, tel que comparé avec un exemple conventionnel. :

Fig.5 est un bloc-diagramme d'un fourneau conformément à la présente invention tel que utilisé dans l'Exemple 2 de la spécification :

Fig.6 est un bloc-diagramme d'une autre inclusion d'un fourneau conformément à la présente invention, tel que utilisé dans l'Exemple 3 de la spécification;

Fig.7 est une vue de dessus illustrant la décoloration de trempage sur une plaque en acier à haute teneur en manganèse, recuite dans un fourneau-caisson de recuisson conventionnel:

Fig.8 est une vue schématique transversale en coupe d'un fourneau-caisson de recuisson conventionnel;

Fig.9 est un graphe illustrant le rapport entre la température de la plaque et l'évolution de la réaction d'oxydation dans le titanium et dans l'acier ferritique inoxydable.

Fig.10 est une vue schématique transversale en coupe d'une inclusion d'un fourneau-caisson de recuisson conformément à l'invention.

Fig.11 est une vue schématique transversale en coupe d'une autre inclusion d'un fourneau-caisson de recuisson conformément à l'invention:

Fig.12 comprend deux graphes combinés, l'une concernant un mode de chauffage tel que indiqué dans l'Exemple 4 de la présente spécification, et l'autre illustrant les variations de la teneur en oxygène et du point de saturation dans les gaz du fourneau ; et

Fig.13 est un graphe illustrant le rapport entre l'épaisseur d'une couche mince d'oxyde et la résistance à la corrosion dans l'Exemple 4, et dans un exemple conventionnel.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Même si des formes particulières de la présente invention ont été choisies pour des fins d'illustration dans les schémas, et même si on a utilisé certains termes dans la présente spécification pour des raisons d'éclaircissement afin de mieux décrire le dispositif et la méthode, l'objectif de la présente invention est défini dans les revendications ci-jointes et ne doit, en aucune manière, se limiter ni aux schémas choisis, ni aux termes spécifiques utilisés dans cette spécification.

A cet effet, le terme " plaque métallique" tel que parfois utilisé dans la présente invention signifie non seulement les plaques découpées mais aussi les bandes et les rouleaux métalliques.

En revenant à la description de l'invention, un système de circulation de gaz est prévu, lequel est doté d'une entrée et d'une sortie, toutes les deux étant, de préférence, reliées au fond du fourneau-caisson de recuisson.

Le dispositif d'évacuation de gaz est de préférence un souffleur. Le dispositif d'élimination d'oxygène est, de préférence une unité de désoxydation

contenant, soit un métal fortement désoxydant ayant une affinité à l'oxygène plus grande que celle du fer, ou en alternative, une substance catalytique capable d'activer la réaction entre l'oxygène et l'hydrogène, ou les deux à la fois, dans la mesure où l'atmosphère de cuisson contient de l'hydrogène.

En ce qui suit, ces métaux fortement désoxydants et ces substances catalytiques seront désignés, d'une manière générale, par le terme "désoxydants".

Le métal fortement désoxydant peut être sous forme solide ou liquide.

Le dispositif d'élimination d'oxygène peut comporter une unité de chauffage pour activer la réaction, au cas nécessaire.

De préférence, le système de circulation de gaz désoxydant comporte un dispositif d'élimination d'oxygène et un dispositif d'élimination d'humidité à partir de ce gaz. Le dispositif d'élimination d'humidité est de préférence un séchoir contenant un dessiccant capable d'absorber l'eau, et peut comporter une unité de refroidissement capable d'accélérer l'adsorption de l'humidité, au cas nécessaire ou si l'on désire.

L'unité de refroidissement est exploitée, de préférence, sous une température d'environ 200°C ou inférieure.

De préférence, le gaz présent dans le fourneau-caisson de recuisson est retiré vers l'extérieur puis désoxydé par le système de circulation de gaz, puis on alimente le fourneau-caisson de recuisson à travers l'unité de désoxydation par un gaz ne contenant quasiment pas d'oxygène.

Ainsi, il y aura un contact fréquent entre le gaz du fourneau et le désoxydant et, par conséquent, l'oxygène peut être éliminé complètement ou contrôlé à un niveau très bas. Ainsi, la quantité d'oxygène présente dans le gaz du fourneau peut être fiablement réduite pendant le stade initial de recuisson (stade de chauffage à basse température) et également pendant les stades successifs du processus de recuisson.

Puisque le gaz présent dans le système de circulation de gaz circule également dans un séchoir, l'humidité présente dans l'air et laquelle aurait pénétré dans le fourneau pendant l'installation ou le chargement de celui-ci, et l'humidité déjà piégée dans l'acier ou dans un autre matériau destiné à être recuit, seront catégoriquement éliminées par le séchoir. Ainsi, le point de saturation dans l'atmosphère du fourneau peut être réduit très rapidement.

Le dispositif d'élimination de l'oxygène conformément à la présente invention peut être un désoxydant métallique ayant une affinité à l'oxygène plus grande que celle du fer. De préférence, le désoxydant métallique est formé de telle sorte qu'il soit hautement perméable au gaz et à l'humidité présente dans le

fourneau avant le processus de recuisson. Une telle configuration facilite le contact du gaz du fourneau avec le désoxydant, ainsi que l'élimination de l'oxygène du gaz du fourneau en réagissant avec le désoxydant. Ainsi, l'oxygène peut être efficacement enlevé du gaz du fourneau même pendant le stade initial de la procédure de recuisson.

Les métaux désoxydants préférés, ayant une affinité à l'oxygène plus grande que celle du fer, possèdent des énergies standards libres de formation d'oxyde qui sont inférieures à -110 Kcal/mol d'O₂ à 200°C, environ.

Des exemples de ces métaux comportent, à titre indicatif et non limitatif, le chrome, l'aluminium, le lithium, le magnésium, et le calcium. Ces métaux peuvent être utilisés séparément ou en combinaison l'un avec l'autre. Les formes préférées du métal fortement désoxydant possèdent une grande surface de contact avec le gaz circulant, et une excellente perméabilité aux gaz. Le rapport S/V entre la surface moyenne S (mm²) et le volume moyen V (mm³) d'un métal désoxydant fort est d'environ 0.2 ou plus.

Des exemples des formes préférées du métal désoxydant fort se présentent sous forme d'une granule ayant environ 30 mm ou moins de diamètre moyen, sous forme d'un fil de 15 mm ou moins de diamètre moyen, ou sous forme d'une éponge ayant 20% de porosité moyenne

De préférence, le désoxydant se présente dans le fourneau suivant une concentration de 20 à 2,000 g/tonne. L'oxydation de la plaque métallique peut être autorisée à se produire si la quantité du métal désoxydant est inférieure à la limite inférieure par 20 unités environ, et l'élimination de l'oxygène et de l'humidité atteint un niveau de saturation si la quantité d'oxygène dépasse la limite supérieure de 2000g/tonne, environ.

Puisque l'oxygène et l'humidité dans le gaz du fourneau peuvent être totalement éliminés même sous basse température pendant le stade initial du processus de recuisson, la décoloration de trempage peut être fiablement évitée.

Le fourneau-caisson de recuisson de la présente invention peut être formé aisément par modification d'un fourneau-caisson de recuisson conventionnel utilisé pour les plaques en acier laminé à froid et les plaques en acier résistant à la chaleur, telles que l'acier carbonique. Une telle modification est significativement plus économique que l'utilisation d'une ligne de production en continu. Aussi, la formation d'une couche mince d'oxyde peut être supprimée suffisamment pour pouvoir éviter les problèmes qui pourraient survenir au cours de l'utilisation. Ainsi, une plaque en acier inoxydable ou en acier résistant, recuite et laminée à froid, à titre d'exemple -type de la présente invention, possède une haute résistance à la corrosion.

Dans cette invention, le séchoir peut être omis si l'air est suffisamment purgé du couvercle intérieur en utilisant, par exemple, de l'azote gazeux, avant la cuisson.

En revenant, à présent, aux schémas en général et à la Fig.1 en particulier, référence est faite à un bloc-diagramme illustrant une configuration de base d'un fourneau-caisson de cuisson conformément à la présente invention.

Ce fourneau-caisson de cuisson représente une modification d'un fourneau-caisson de cuisson conventionnel, comme indiqué dans la Fig.8. Il possède un couvercle 1, un couvercle intérieur (optionnel 2 et illustré comme contenant un rouleau 3, lequel peut être en fer ou en acier, à titre d'exemple.

Le fourneau-caisson de cuisson de la Fig.1 est doté d'un système de circulation de gaz ayant une entrée 6 et une sortie 10 au niveau de sa partie inférieure.

Le système de circulation de gaz est doté d'un souffleur 7 comme dispositif d'évacuation du gaz du fourneau, d'une unité de désoxydation 8 destinée à l'élimination de l'oxygène présent dans le gaz, et d'un séchoir 9 comme dispositif d'élimination de l'humidité présente dans le gaz, depuis l'entrée 6.

L'ordre de succession du souffleur 7, de l'unité de désoxydation 8, et du séchoir peut être changé suivant les circonstances pratiques.

L'unité de désoxydation utilise, de préférence, un métal désoxydant ou un désoxydant liquide-métallique, tel que un bain d'aluminium, par exemple. Lorsque l'atmosphère de recuisson contient de l'hydrogène, on utilise, de préférence, un catalyseur platine-palladium pour provoquer ou accélérer la réaction entre l'oxygène et l'hydrogène.

L'unité de désoxydation 8 contient, de préférence, le métal désoxydant fort, ci-dessus indiqué. Le séchoir 9 contient une substance capable d'adsorber les molécules d'eau, telle qu'une passoire moléculaire, ou du zéolite synthétique, à titre d'exemple.

Dans la Fig.1, le système de tuyauterie destiné à alimenter le gaz atmosphérique vers le fourneau n'est pas illustré, puisqu'il est bien connu dans ce domaine.

Cette invention est également applicable à un fourneau-caisson dépourvu d'un couvercle intérieur 2.

Fig. 10 est une vue transversale en coupe d'une inclusion du fourneau-caisson de recuisson prévu par la présente invention. Dans cette inclusion, un rouleau 3 est placé à l'intérieur du fourneau, et est couvert au moyen d'un couvercle intérieur 2 écarté par un couvercle extérieur 1, et recuit suivant un mode de chauffage contrôlé au moyen d'une source de chaleur (non illustrée dans le schéma) placée entre les couvercles 2 et 1.

Un métal désoxydant sous forme d'éponge 5, ayant une haute affinité à l'oxygène comme désoxydant, est placé dans le couvercle intérieur avant la recuisson.

Fig. 11 est une vue transversale en coupe d'une autre inclusion du fourneau-caisson de recuisson, prévu par la présente invention. A la place d'un métal désoxydant en éponge, un désoxydant 6, sous forme de métal granuleux ayant une haute affinité à l'oxygène, est placé dans une boîte métallique en filet 7 ayant une haute perméabilité aux gaz.

Chacun des fourneaux-caissons de recuisson illustrés dans les Figures 10 et 11 est doté d'un ventilateur 4 assurant la circulation du gaz à l'intérieur du fourneau, en permettant de réaliser un environnement uniforme à l'intérieur du fourneau.

L'une ou l'autre de ces formes de désoxydants peut être placée en une position unique à l'intérieur du fourneau, comme indiqué dans la Fig. 10, ou suivant plusieurs positions à l'intérieur du fourneau, comme indiqué dans la Fig. 11, et ce en fonction des conditions pratiques de recuisson.

Des exemples de la présente invention seront décrits en détails en ce qui suit :

Exemple 1

Trois rouleaux (45 tonnes au total) de plaques d'acier résistant à la chaleur, laminées à froid (SUH 409, JIS Normes Industrielles Japonaises -G-4312), ayant une épaisseur de 1.2 mm et contenant 0.2 à 0.7 % en poids de titanium ont été recuites dans une atmosphère d'hydrogène pur en utilisant un fourneau-caisson de recuisson, illustré dans la Fig. 3.

Comme système de circulation de gaz, une entrée 6, une unité de désoxydation 8, un souffleur 7 et un séchoir 9 sont prévus dans ce même ordre, et le débit d'écoulement du gaz circulant est contrôlé sous une valeur de 200 Nm³/heure. L'unité de désoxydation 8 est une unité de désoxydation par titanium 8 A (voir Fig.2) remplie par du titanium en éponge, ayant une porosité moyenne de 40% . Le séchoir consiste de deux colonnes en passoirs moléculaires 9 A remplies avec du zéolite synthétique, et arrangées en parallèle de telle manière que l'une soit utilisée pour le séchage du gaz et que l'autre soit chauffée pour être réutilisée ultérieurement .

Du côté de l'entrée de l'unité de désoxydation par titanium 8 A, un dispositif de chauffage 12 assurant le chauffage du gaz à une température supérieure ou égale à 300°C est prévu pour faciliter l'oxydation du titanium.

Un refroidisseur 13 assurant le refroidissement du gaz à une température inférieure ou égale à 200°C est prévu entre le souffleur 7 et l'unité de

désoxydation du titanium 8 A pour assurer la protection du souffleur 7 et pour améliorer l'efficacité de déshumidification du séchoir 9. Lorsque la température du fourneau excède 200°C, la température du gaz alimenté depuis la sortie 10 vers le fourneau est inférieure à celle du gaz évacué depuis l'entrée 6 du système de circulation du gaz.. c'est à dire la température du gaz du fourneau.

Pour éviter la diminution du niveau de chauffage du fourneau, un échangeur de chaleur à convection 11 est placé à proximité de l'entrée 6 et de la sortie 6 pour assurer l'échange de chaleur entre le gaz de l'entrée 6 et le gaz de la sortie 10.

Le gaz évacué de la sortie 10 vers le système de circulation de gaz en passant à travers l'échangeur de chaleur 11 et le dispositif de chauffage 12, subira un chauffage à 300°C environ ou plus, puis entrera dans l'unité de désoxydation par titanium 8 A, dans laquelle l'oxygène a été éliminé par réaction avec le titanium en éponge. Le gaz est refroidi dans le refroidisseur 13 à environ 200°C ou moins, puis dirigé à travers la passoire moléculaire 9A pour enlever l'humidité. Le gaz est passé à travers l'échangeur de chaleur 11 de sorte que

la température reste quasiment égale à la température du fourneau, puis alimenté à partir de la sortie 10 vers le fourneau.

La Fig. 3 est un graphe illustrant les variations de la teneur en oxygène et du point de saturation du gaz à l'intérieur du fourneau pendant le processus de recuisson illustré dans l'Exemple 1, et une méthode conventionnelle illustrée dans la Fig.8, à titre de comparaison. Dans cette méthode conventionnelle, la teneur en oxygène est diminuée à 7 ppm approximativement.

Dans l'Exemple 1, la teneur en oxygène a atteint, cinq heures après, un niveau de 1ppm (avant que la température de la plaque arrive à 300°C). Un niveau considérablement inférieur à 1 ppm a été maintenu jusqu'à la fin de la recuisson. Dans la méthode conventionnelle, le point de saturation a diminué à -40°C. Dans l'Exemple 1, la température de saturation a diminué à -60°C pendant le stade initial de la recuisson (10 heures après le début de la recuisson), et ce niveau a été maintenu jusqu'au stade final de la recuisson. Le point de saturation de l'Exemple 1 a diminué davantage jusqu'à une température de -70°C pendant l'étape de refroidissement.

La décoloration de trempage a été observée sur la surface de la plaque conventionnelle recuite, mais n'était pas présente ou observable sur la surface de la plaque recuite de l'Exemple 1.

Fig. 4 illustre le rapport entre l'épaisseur de la couche mince d'oxyde et la résistance à la corrosion. L'épaisseur de la couche mince d'oxyde a été déterminée à une position située approximativement à une distance de 100 mm de l'extrémité transversale de la plaque.

Elle a été mesurée par spectroscopie à incandescence (GDS). La résistance à la corrosion a été évaluée par le nombre de zones corrodées engendrées par une eau salée standard (solution aqueuse de chlorure de sodium concentrée à 5%, sous une température de 35°C) sous forme d'essai d'atomisation pendant quatre heures suivant JIS (Normes Industrielles Japonaises)-Z-2371 (Evaluation : Excellent pour 0/dm², Bon pour 1 à 10/dm², Mauvais pour 11/dm² ou plus).

Comme indiqué dans la Fig. 4, l'épaisseur de la couche mince d'oxyde était de 4.000 Å à 10.000 Å pour la plaque conventionnelle et de 200 Å à 500 Å pour l'Exemple 1 (approximativement le 1/20 de l'épaisseur de la couche mince d'oxyde pour la plaque conventionnelle).

Ainsi, la résistance à la corrosion dans l'Exemple 1 était significativement plus grande que celle de la plaque conventionnelle.

Exemple 2

Trois rouleaux (45 tonnes au total) de plaque en acier résistant à la chaleur (SUH 409, JIS -G--4312), laminées à froid et ayant une épaisseur de 1.2 mm et contenant 0.2 à 0.7 pour cent en poids de titanium ont été recuites en un fourneau-caisson dans une atmosphère d'un mélange gazeux (consistant de 75% en volume d'hydrogène et 25% en volume d'azote) en utilisant un

fourneau-caisson de cuisson illustré dans la Fig. 5, et suivant le mode de chauffage indiqué dans la Fig. 3 .

Comme système de circulation de gaz, une entrée 6, un souffleur 7, une unité de désoxydation 8, et un séchoir 9 (voir Fig.1) ont été prévus suivant ce même ordre, et le débit d'écoulement du gaz circulant a été gardé à 22 Nm³/heure. Un refroidisseur 13 assurant le refroidissement du gaz à une température de 200°C environ ou moins à été prévu en amont du souffleur 7 pour assurer la protection de celui-ci et pour améliorer l'efficacité de déshumidification du séchoir 9. L'unité de désoxydation 8 comporte une unité de désoxydation catalytique 14 contenant un catalyseur platine-palladium. Le séchoir 9 possède la même configuration que celle de l'exemple 1. Un échangeur de chaleur 11 a été également prévu, comme pour l'Exemple 1.

Le gaz retiré à partir de l'entrée 6 dans le système de traitement de gaz est passé à travers l'échangeur de chaleur 11 et le refroidisseur 13 puis refroidi à une température de 200°C ou moins, et dirigé vers l'unité de désoxydation 14, dans laquelle l'oxygène a réagi avec l'hydrogène pour former de l'eau. Le gaz est passé ensuite à travers la passoire 9 A pour éliminer l'humidité présente dans le gaz. Le gaz se dirige à travers l'échangeur de chaleur 11 de façon que sa température est gardée à une valeur quasiment égale à celle du fourneau, puis alimenté par la sortie 10 depuis l'échangeur de chaleur 11 vers le fourneau.

La décoloration de trempage n'a pas été observée ou visuellement présente sur la surface de la plaque recuite. L'épaisseur de la couche mince d'oxyde était de 200 Å à 500 Å.

Exemple 3

Trois rouleaux (45 tonnes au total) de plaques en acier inoxydable ferritique (SUS 430, JIS-G-4312), laminées à froid et ayant une épaisseur de 0.8 mm ont été recuites en fourneau dans une atmosphère d'hydrogène pur en utilisant un fourneau-caisson illustré dans la Fig. 6. suivant le mode de chauffage de la Fig. 3.

Comme système de circulation de gaz, une entrée 6, un souffleur 7, une unité de désoxydation 8, et un séchoir 9 ont été prévus suivant le même ordre, et le débit d'écoulement du gaz a été gardé à 200 Nm³/heure.

Du côté de l'entrée du souffleur 7, un refroidisseur 13 assurant le refroidissement du gaz à une température de 450°C a été également prévu pour protéger le souffleur 7, et du côté de l'entrée du souffleur 7, un refroidisseur 19 assurant le refroidissement du gaz à une température de 200°C ou moins a été également prévu pour améliorer l'efficacité de déshumidification du séchoir 9.

L'unité de désoxydation 8 a consisté d'une unité de désoxydation par bain d'aluminium 15 contenant de l'aluminium fondu. Ce bain est doté d'un dispositif de chauffage 17 assurant la fusion de l'aluminium à l'intérieur du bain, et un bouchon poreux est prévu pour assurer l'alimentation du gaz (souvent utilisé dans les fourneaux de sidérurgie) à partir de la partie inférieure. Un filtre métallique en mailles 16 assure la récupération des éclaboussures d'aluminium contenues dans le gaz le long du trajet d'alimentation du gaz à partir de du sommet du bain d'aluminium.

Le séchoir 9 possède la même configuration que celui de l'Exemple 1. Un échangeur de chaleur 11 est également prévu dans l'Exemple 1.

Le gaz évacué à partir de l'entrée 6 vers le système de circulation de gaz est dirigé à travers l'échangeur de chaleur 11 et le refroidisseur 13 puis refroidi à une température de 450°C ou moins, pour atteindre l'unité de désoxydation par bain d'aluminium 14, dans laquelle l'oxygène présent sous forme de bulles a été éliminé par l'aluminium présent dans le bain d'aluminium. Le gaz est passé à travers l'échangeur de chaleur 11 de façon à ce que sa température soit gardée à une valeur quasiment égale à la température du fourneau, et puis ce gaz a été alimenté à partir de la sortie 10 en retournant au fourneau. La décoloration de trempage n'a pas été observée ou présente sur la surface de la plaque recuite. L'épaisseur de la couche mince d'oxyde était entre 200 Å et 500 Å.

Dans la partie inférieure de la Fig. 3, les lignes foncées montrent une diminution importante de la teneur en oxygène, telle que comparée avec la pratique conventionnelle déjà connue, laquelle est représentée par des traits interrompus. Le point de saturation du gaz a diminué également de manière très importante, comme il apparaît dans la Fig. 3

Exemple 4

Trois rouleaux (4 tonnes au total) de plaques en acier résistant à la chaleur (SUH 409, JIS- G 4312), laminées à froid et ayant une épaisseur de 1.2 mm et contenant 0.2 à 0.7 pour cent en poids de titanium, ont été recuites en fourneau dans une atmosphère d'hydrogène pur en utilisant un fourneau-caisson de recuisson illustré dans la Fig. 112

Du titanium granulé ayant une taille moyenne de particules de 10 mm, un rapport S/V d'aire surfacique S (mm²) par le volume V (mm³) de l'ordre de 0.3/mm, a été utilisé comme désoxydant et suivant une quantité de 500g/tonne x 45 tonnes = 22.5 Kg.

Les importantes réductions de la teneur en oxygène et du point de saturation du gaz à l'intérieur du fourneau pendant le processus de recuisson en fourneau-caisson sont illustrées dans la Fig 12 (lignes foncées) en comparaison avec le processus conventionnel de recuisson de plaques

(recuison utilisant le fourneau de recuison illustré dans la Fig. 8) (lignes interrompues).

Dans l'Exemple 4, la teneur en oxygène a rapidement diminué sous une température de 300°C environ, qui est la température moyenne pendant l'étape de chauffage, ce qui indique qu'il s'agit d'une oxydation activée. Puisque l'oxygène présent dans le gaz du fourneau est effectivement enlevé par du titanium granuleux, la teneur en oxygène pendant le stade de trempage a diminué de 1 à 2 ppm environ, ce qui est significativement inférieur à 7 ppm résultant de la méthode conventionnelle. Ainsi, le point de saturation dans l'Exemple 4

a diminué à un niveau de 30°C environ au dessus de celui obtenu par la méthode conventionnelle.

La Fig.13 illustre le rapport entre l'épaisseur de la couche mince d'oxyde et la résistance à la corrosion. L'épaisseur de la couche mince d'oxyde a été déterminée à une position située à 100 mm environ de l'extrémité transversale de la plaque, et a été mesurée par spectroscopie à incandescence (technique GDS).

La résistance à la corrosion a été évaluée par le nombre de zones corrodées engendrées par contact avec de l'eau salée (solution aqueuse de chlorure de sodium concentrée à 5%, sous 35°C) sous forme d'essai d'atomisation pendant

4 heures suivant la norme JIS-Z- 2371. (Evaluation : Excellent pour 0/dm², Bon pour 1 à 10/ dm², Mauvais pour 11/dm² ou plus).

Comme indiqué dans la Fig. 13, l'épaisseur de la couche mince d'oxyde était de 4.000 à 10.000 Å pour la plaque conventionnelle et de 1,000 à 1,500 dans l'Exemple 4 (environ 60 à 90% de réduction de l'épaisseur de la plaque conventionnelle).

Ainsi, la plaque résultante est utilisable dans les applications n'exigeant pas une résistance à la corrosion significativement grande.

L'épaisseur de la couche mince d'oxyde dans l'Exemple 4 a été significativement plus grande que celle des exemples 1 à 3. Cela indique que la plaque de l'exemple 4 a eu une résistance à la corrosion légèrement plus faible. Comme indiqué dans la Fig.9, lorsque la plaque en acier ferritique inoxydable laminée à froid et le titanium granuleux sont chauffés dans l'atmosphère oxydante à l'intérieur du fourneau-caisson, le titanium ne s'est pas complètement oxydé jusqu'à une température de 300 °C mais a été rapidement oxydé après que la température ait dépassé 300°C.

D'autre part, l'acier ferritique inoxydable a été oxydé avant que la température atteigne 300°C. Ainsi, la couche mince d'oxyde est supposée s'être formée dans une zone à basse température allant de la température ambiante jusqu'à 300 °C environ, sans que se manifestent les effets du titanium ajouté. Lorsque

le gaz présent dans le fourneau a été suffisamment oxydé avant le chauffage, comme dans l'Exemple 4, une haute résistance à la corrosion comparable à celle des Exemple 1 à 3 est obtenue.

Conformément à l'invention, l'oxygène présent dans le fourneau-caisson est catégoriquement enlevé avec une haute efficacité. Ainsi on obtient une recuisson de finition pour une plaque métallique sans décoloration de trempage ou une résistance réduite à la corrosion. Lorsque le système de circulation de gaz assurant l'évacuation du gaz depuis le fourneau-caisson et la réalimentation du gaz vers le fourneau a comporté un dispositif d'élimination d'oxygène destiné à éliminer l'oxygène présent dans le gaz ainsi qu'un dispositif d'élimination d'humidité destiné à éliminer l'humidité présente dans le gaz. L'oxygène et l'humidité ont été catégoriquement éliminés avec une plus grande efficacité. Cette configuration est applicable dans la production de certains produits sous des conditions de travail très strictes.

Le fourneau-caisson de recuisson conformément à l'invention peut être utilisé à la place d'un système de recuisson-décapage pour la production de plaques en acier inoxydable ou en acier résistant à la chaleur, laminées à froid et recuites. En alternative, le fourneau-caisson de recuisson conformément à l'invention peut être utilisé comme système de recuisson conventionnelle à caisson pour fabriquer des plaques en acier usuelles laminées à froid, de telle sorte que la même ligne de production puisse être utilisée dans la fabrication de plaques en acier inoxydable et en acier résistant à la chaleur. Un tel système à usage

multiple peut réduire les hauts coûts d'investissement exigé pour un tel appareil.

Par ailleurs, le processus de production conformément à l'invention est plus simple que les processus conventionnels de production en continu, et par conséquent, résulte en la réduction des coûts de production, de la main d'oeuvre ainsi que les coûts des matériaux connexes.

REVENDEICATIONS

Les revendications sont les suivantes :

1. Un fourneau-caisson de recuisson destiné à la recuisson d'une plaque métallique, comportant :
une chambre complètement hermétique au gaz ayant un espace intérieur destiné à maintenir et à traiter ladite plaque métallique dans une atmosphère gazeuse maintenue à l'intérieur de ladite chambre,
un dispositif de traitement étant en communication avec l'intérieur de ladite chambre de traitement de gaz à partir de ladite atmosphère,
ledit dispositif de traitement étant comprenant un dispositif d'extraction d'oxygène à partir dudit gaz présent dans la chambre.
2. Le fourneau défini dans la revendication 1, dans lequel ledit dispositif d'extraction d'oxygène comprend un métal désoxydant capable de réagir avec l'oxygène.
3. Le fourneau défini dans la revendication 1 dans lequel ledit dispositif d'extraction d'oxygène comprend un métal désoxydant fondu capable de réagir avec l'oxygène.
4. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 1, dans lequel ledit dispositif de traitement est un système de circulation de

gaz et comprend à la fois un dispositif d'élimination d'oxygène et un dispositif d'élimination d'humidité destiné à éliminer l'humidité dudit gaz.

5. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 2, dans lequel ledit métal désoxydant a une énergie libre standard de formation d'oxyde inférieure ou égale à -110 Kcal/ 1 mol d'O₂ à 200°C.
6. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 2, dans lequel le métal ayant une énergie libre standard de formation d'oxyde n'excédant pas -110 Kcal/l mole d'O₂ à 200°C est au moins un métal choisi parmi le groupe consistant de chrome, silicium, titanium, vanadium, manganèse, aluminium, lithium, magnésium, et calcium.
7. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 2, dans lequel le rapport S/V de l'aire surfacique moyenne S (mm²) par le volume moyen V (mm³) dudit métal désoxydant est environ de 0.2 ou plus.
8. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 2 dans lequel ledit métal désoxydant a une forme choisie parmi le groupe consistant d'une granule ayant un diamètre moyen de 30 mm ou moins, un fil ayant un diamètre moyen de 15 mm ou moins, et une éponge ayant une porosité moyenne de 20% environ ou plus.

9. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 3, dans lequel ledit métal désoxydant a une température de fusion de 900°C environ ou moins.
10. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 3, dans lequel ledit métal fondu est l'aluminium.
11. Le fourneau -caisson conformément à la revendication 1, dans lequel ledit dispositif d'élimination d'oxygène comprend également un catalyseur platine/palladium pour la réaction de l'oxygène avec l'hydrogène dans ladite atmosphère de recuisson contenant de l'hydrogène.
12. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 4, dans lequel le dispositif d'élimination d'humidité comprend un dessiccant placé pour assurer l'adsorption des molécules d'eau présentes dans ledit gaz de l'atmosphère gazeuse.
13. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 4 dans lequel ledit dispositif d'élimination d'humidité comporte une unité de refroidissement destinée à refroidir ledit gaz à une température inférieure ou égale à 200°C environ.

14. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 12, dans lequel ledit dessiccateur est une passoire moléculaire.
15. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 14, dans lequel ladite passoire moléculaire est du zéolite synthétique.
16. Le fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 1, dans lequel ladite plaque métallique est une plaque en acier inoxydable ou en acier résistant à la chaleur laminée à froid, et dans lequel ledit dispositif d'extraction d'oxygène est du titane métallique.
17. Le fourneau-caisson conformément à la revendication 1, dans lequel ledit dispositif de traitement comporte une unité de livraison du gaz traité et ne contenant quasiment pas d'oxygène vers ladite chambre.
18. Une méthode de recuisson d'une plaque métallique laminée à froid, comportant :

le positionnement de ladite plaque métallique dans un fourneau-caisson de recuisson ayant une chambre complètement hermétique au gaz et comportant un espace intérieur qui contient un gaz maintenu dans ladite chambre.

le chauffage de ladite plaque métallique suivant un mode de chauffage désiré.

le traitement dudit gaz en continu pour en éliminer l'oxygène, et retourner ledit gaz traité, complètement sans oxygène, vers ladite chambre complètement hermétique au gaz .

19. Une plaque métallique recuite dans un fourneau-caisson de recuisson conformément à la revendication 1, où ladite plaque étant libre de décoloration de trempage.

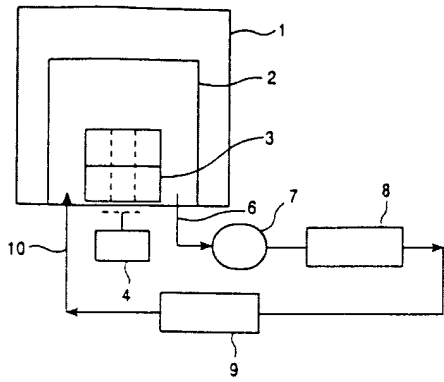


FIG. 2

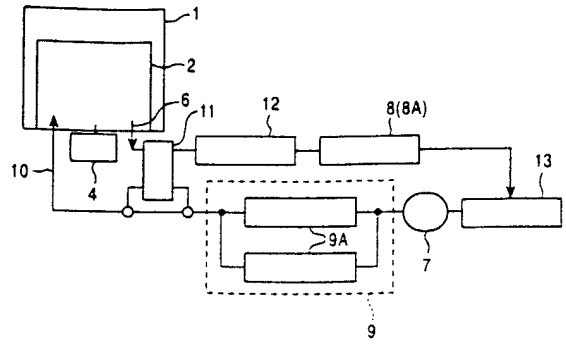


FIG. 3

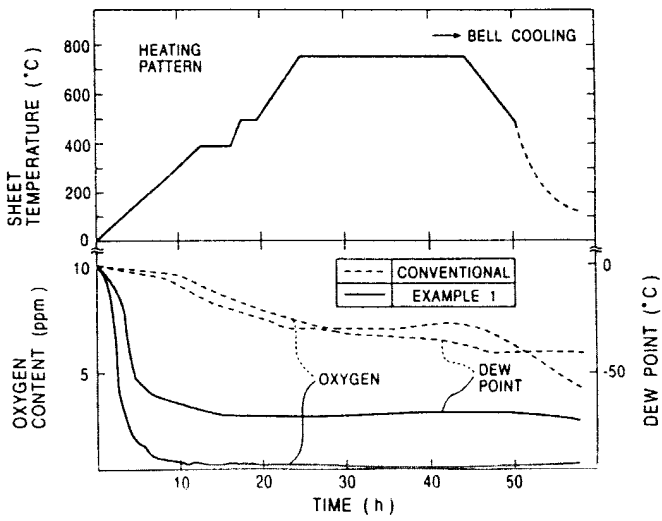


FIG. 4

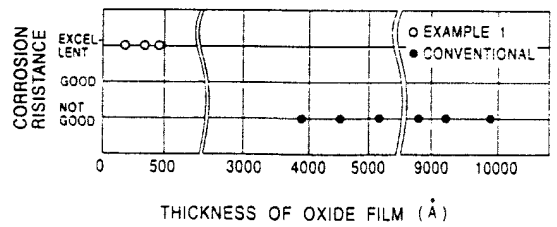


FIG. 5

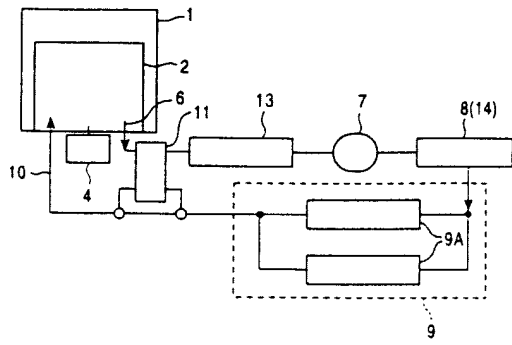


FIG. 6

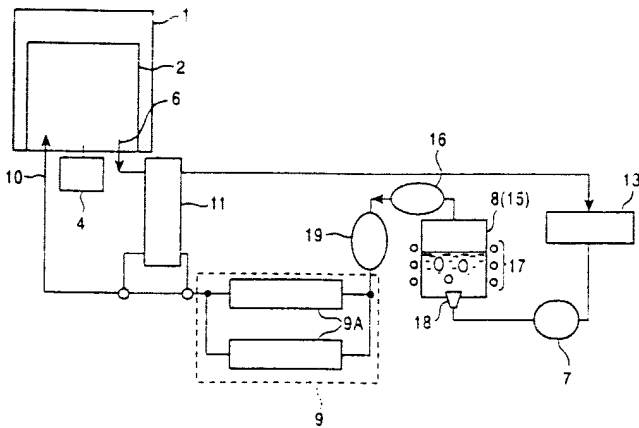


FIG. 7

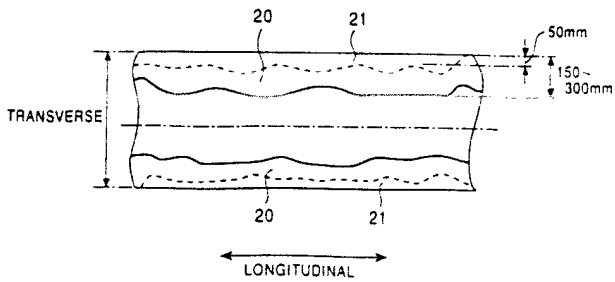


FIG. 8

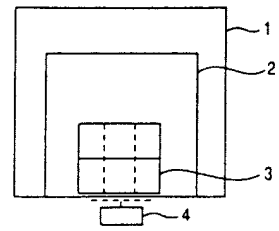


FIG. 9

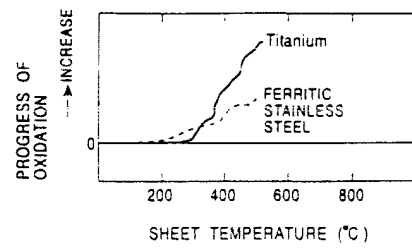


FIG. 10

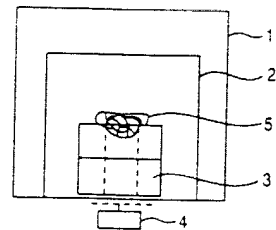
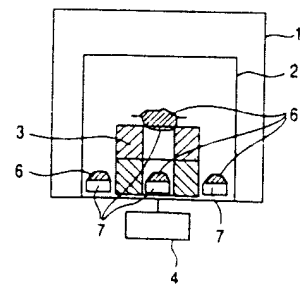


FIG. 11



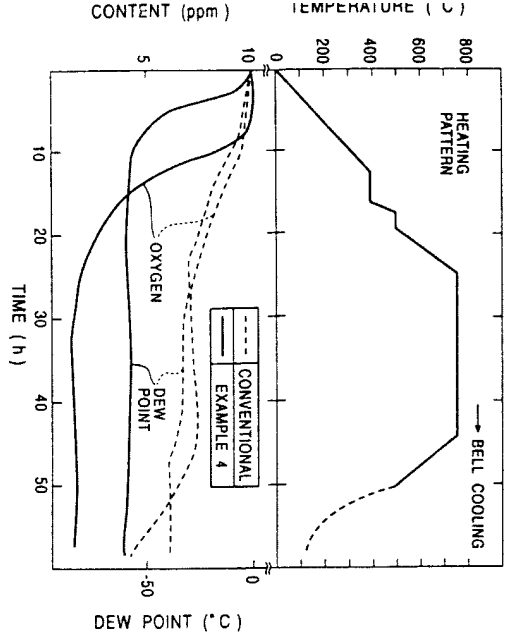


FIG. 12

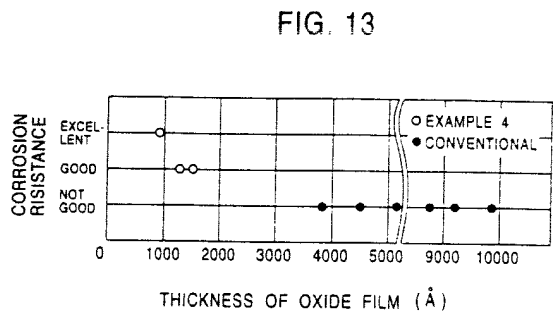


FIG. 13