



⑫

NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der neuen Patentschrift :
22.07.92 Patentblatt 92/30

⑤① Int. Cl.⁵ : **B22F 3/26, H01H 1/02**

②① Anmeldenummer : **83106620.4**

②② Anmeldetag : **06.07.83**

⑤④ **Verfahren zum Herstellen eines Verbundwerkstoffes aus Chrom und Kupfer.**

③⑩ Priorität : **16.07.82 DE 3226604**
24.06.83 DE 3322866

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :
25.01.84 Patentblatt 84/04

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung :
07.05.86 Patentblatt 86/19

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die
Entscheidung über den Einspruch :
22.07.92 Patentblatt 92/30

⑧④ Benannte Vertragsstaaten :
CH DE FR GB LI SE

⑤⑥ Entgegenhaltungen :
DE-A- 1 558 532
DE-A- 1 558 535
DE-A- 1 558 541
DE-A- 2 346 179

⑤⑥ Entgegenhaltungen :

DE-A- 2 521 504
DE-A- 3 027 732
DE-B- 2 357 333
DE-B- 2 536 153
FR-A- 1 513 972
FR-A- 2 251 898
GB-A- 2 024 258
H. Schreiner, "Pulvermetallurgie elektrischer
Kontakte", 1964, S. 62-65

⑦③ Patentinhaber : **SIEMENS**
AKTIENGESELLSCHAFT
Wittelsbacherplatz 2
W-8000 München 2 (DE)

⑦② Erfinder : **Kippenberg, Horst, Dr.**
Sudetenring 24
W-8522 Herzogenaurach (DE)
Erfinder : **Hässler, Heinrich, Dr.**
Josef-Haydn-Strasse 1
W-8501 Wendelstein/Nürnberg (DE)
Erfinder : **Hühnlein, Manfred**
In der Büg 27
W-8500 Nürnberg (DE)

EP 0 099 066 B2

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Herstellen eines Verbundwerkstoffes aus Chrom und Kupfer als Kontaktwerkstoff für Mittelspannungs-Vakuum-Leistungsschalter.

Als Kontaktmaterial für Vakuum-Leistungsschalter hat sich bereits der Verbundwerkstoff CrCu mit etwa 40 bis 60 % Cr gut bewährt. Dabei gewährleistet die Komponente Cu eine hinreichende elektrische und thermische Leitfähigkeit, während das Gerüstmaterial Cr sowohl abbrandmindernd als auch mit seinem im Vergleich zu Wolfram niedrigen Schmelzpunkt von etwa 2 173 K die Gefahr einer schädlichen thermischen Elektronenemission beseitigt. Außerdem setzt das Cr die Verschweißneigung der Kontaktstücke stark herab und besitzt gute Getteigenschaften.

Für die Herstellung des Verbundwerkstoffes CrCu kommen aufgrund der Mischungslücke im System Cr-Cu für den gewünschten Konzentrationsbereich von etwa 40 bis 60 % Cr-Gehalt nur pulvermetallurgische Verfahren in Betracht. Am gebräuchlichsten ist das Herstellen von Preßkörpern aus Cr-Pulver oder CrCu-Pulvermischungen, deren Poren nach der Sinterung mit flüssigem Cu aufgefüllt werden. Derartige Sintertränkverfahren sowie auch die übrigen bekannten pulvermetallurgischen Verfahren sind wegen der Oxidationsneigung des Chroms schwierig zu beherrschen. Insbesondere besteht die Gefahr, durch schlechte Benetzbarkeit einzelner Kornflächen oder Passivschichtbildung Poren- oder Tränkfehler zu erhalten. Auch wenn diese nur in der Größenordnung von 5 bis 50 μm liegen, kann durch sie eine Beeinträchtigung des Schaltverhaltens bewirkt werden. In der Praxis ergibt sich daraus eine gewisse Streubreite im Ausschaltvermögen.

Aus der DE-A-25 21 504 ist ein Verfahren zur Herstellung einer Elektrode für Vakuumschalter oder Vakuumfunkenstrecken bekannt, bei dem in einem Vakuumofen Sinterkörper aus insbesondere Chrom durch Distanzstücke getrennt übereinandergestapelt werden und auf dem Stapel eine Kupferscheibe aufgelegt wird. Nach Evakuierung auf 2×10^{-2} Pa wird zunächst die Anordnung auf 1050 °C, also eine Temperatur unterhalb der eutektischen Temperatur (1075 °C $\hat{=}$ 1348 K) im System Chrom-Kupfer, und anschließend auf 1090 °C, also eine Temperatur oberhalb der eutektischen Temperatur erhitzt. Dadurch soll ein gleichzeitig bzw. unmittelbar aufeinanderfolgendes Tränken der einzelnen Chromscheiben erfolgen, wobei sichergestellt werden muß, daß die Verfahrensführung nahe dem thermodynamischen Gleichgewichtszustand erfolgt. Dieses Verfahren ist als sogenanntes Durchlauftränken bekannt.

Aus der DE-B1-25 36 153 ist weiterhin ein Verfahren zum Herstellen mehrschichtiger Kontaktstücke für Vakuum-Mittelspannungs-Leistungsschalter bekannt, bei dem ein Preß- oder Sinterkörper aus insbesondere Chrom unter Vakuum porenfrei getränkt wird, wozu der Preß- oder Sinterkörper in einem Tiegel aus Eisen oder CrNi-Stahl mit sauerstofffreiem Kupfer vollständig getränkt wird und anschließend der Tränktiegel mindestens teilweise entfernt wird. Wird dazu ein Preßkörper hergestellt, ist eine Tränkung bei einer Temperatur von 1150 °C möglich.

In der DE-B1-25 36 153 ist bereits erwähnt, daß alternativ zur Herstellung eines Preß- oder Sinterkörpers auch Chrompulver in den Tiegel eingeschüttet werden könnte, so daß der Sinter- und Tränkprozeß in einem einzigen Wärmehandlungsvorgang ablaufen kann. Die spezifische Verfahrensführung ist dabei aber nicht beschrieben.

Bei anderen bekannten Verfahren werden z. B. poröse Rohlinge durch Pressen oder Schütten von Metallpulver hergestellt, die entweder aus reinem Cr-Pulver bestehen oder bei denen zum Erzielen einer flüssigen Phase beim Sintern ein oder mehrere weitere Pulverzusätze dem Cr-Pulver zugemischt werden. Das anschließende Sintern im Hochvakuum oder reinem Schutzgas bei Temperaturen von 1 573 K bis 1 773 K führt zu einer gewünschten Ausbildung von Sinterbrücken zwischen den Pulverkörnern, so daß ein Anstieg der Gerüstfestigkeit erfolgt, der eine problemlose Handhabung der porösen Sinterrohlinge nach dem Sinterprozeß erlaubt. In einem weiteren Arbeitsgang werden die Rohlinge dann in Tränkformen eingelegt oder auf Tränkunterlagen aufgelegt, erhalten als Auf- oder Unterlage eine dem Porenvolumen entsprechende Menge an Tränkmittel, in diesem Fall Kupfer, und werden wiederum im Hochvakuum oder reinem Schutzgas über die Schmelztemperatur des Tränkmittels erhitzt. Hierbei tritt durch Kapillarkräfte eine Infiltration des porösen Gerüstes ein.

Mit den vorstehend beschriebenen Tränkverfahren zur Herstellung der Cr-Cu-Verbundwerkstoffe lassen sich jedoch trotz sorgfältigster Arbeitsweise keine völlig fehlerfreien Tränkungen erzielen: Dafür sind im wesentlichen drei Gründe verantwortlich:

Beim Umchargieren der Öfen zwischen Sinter- und Tränkprozeß kommt es bei den stark getteraktiven Cr-Gerüsten zu einer Neubelegung der Gerüstoberfläche mit dünnen Oxid- bzw. chemisorbierten Gashäuten, die die Benetzung mit dem flüssigen Tränkmittel erschweren. Aus thermodynamischen Gründen treten diese Oxidationsprozesse bereits unterhalb von etwa 1 000 K selbst im Hochvakuum und in reinem Schutzgas auf, da sich in wirtschaftlich anwendbaren Öfen keine Sauerstoffpartialdrücke unter 10^{-8} Pa erzielen lassen. Als Resultat dieser Erscheinung treten Tränkfehler auf, die sich in Form von Mikrolunkern und Poren äußern.

Durch den Sinterprozeß und die damit verbundene Ausbildung von Sinterbrücken werden schlecht zugängliche Porenbereiche erhalten, die von flüssigem Tränkmittel gar nicht oder nur unvollkommen erreicht werden. Damit ist auch die Möglichkeit, reduzierende Substanzen wie z. B. Kohlenstoff über die flüssige Tränkmittelphase an das Gerüstmetall zu bringen, eingeschränkt, so daß in diesen Restporenbereichen, die von der Sinterbrückenbildung herrühren, Restoxide vorhanden sind, die das Schaltvermögen des Werkstoffes beeinträchtigen.

Durch die versteifende Wirkung fester Sinterbrücken wird die Möglichkeit des Gerüstmaterials zur Deformation beträchtlich verringert. Wird das mit Cu oder Legierungen davon imprägnierte Cr-Gerüst von der Infiltrationstemperatur des flüssigen Tränkmittels abgekühlt, so tritt wegen der unterschiedlichen Wärmeausdehnungen zwischen Cr und Cu ein Volumendefizit auf, das durch einen gemeinsamen gleichmäßigen Schrumpf von Gerüst- und Tränkmittel nicht aufgefangen werden kann. Diese bekannte Erscheinung kann ebenfalls zu Fehlstellen und im Lichtmikroskop unsichtbaren Mikroporositäten führen, die die Qualität des Werkstoffes für Hochleistungsschaltaufgaben verschlechtern können.

Es ist versucht worden, diese Störungen zu vermeiden. So kann z. B. Cr-Pulver und Cu-Pulver gemischt werden, dadurch unterbleibt eine direkte Berührung der Cr-Körner weitgehend und es bilden sich im anschließenden Sinterprozeß keine oder nur vereinzelte deformationsbehindernde Sinterbrücken aus. Obwohl dieser Fertigungsprozeß die sterische Behinderung der Cr-Partikel aufhebt, kann mit einem derartigen Werkstoff keine ausreichende Schaltleistung erzielt werden. Ursache dafür ist die Wechselwirkung zwischen dem üblicherweise mit etwa 500 ppm sauerstoffverunreinigtem Cu-Pulver und dem getteraktiven Cr-Pulver. Bereits unterhalb 1 273 K, d. h. also 1 000 °C, wird dabei bei einsetzender Cu₂O-Dissoziation das oxidationsfreudige Cr-Pulver aufoxydiert. Wegen der hohen Oxidationswärme des Cr kommt es zur Ausbildung stabiler Oberflächenoxide, die durch eine normale Vakuumentgasung nicht mehr entfernt werden können.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein neues Verfahren zu entwickeln, mit dem es möglich ist, einen hochwertigen Kontaktwerkstoff aus Chrom und Kupfer herzustellen, der den Anforderungen von Vakuum-Mittelspannungs-Leistungsschaltern bis 36 kV Betriebsspannung und Ausschaltströmen oberhalb 30 kA genügt, und bei dem die vorerwähnten Fehlerquellen sowie zusätzlich die Verwendung von Cu-Pulver mit hohem Sauerstoffgehalt vermieden werden.

Gemäß der Erfindung ist die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein Verfahren der eingangs genannten Art in der Abfolge der Verfahrensschritte a) bis g) mit den dort angegebenen Parametern für Druck, Temperatur und Haltezeit erfolgt. Im einzelnen wird dabei Cr-Pulver in eine entgaste Form geschüttet, auf das Cr-Pulver ein Stück aus sauerstoffarmem Kupfer gelegt, anschließend die Form mit einem porösen Deckel verschlossen, dann die Form in einem Hochvakuumofen bei Raumtemperatur entgast, bis ein Druck von weniger als 10⁻² Pa erreicht ist, danach die Ofentemperatur auf eine möglichst hohe Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur von Kupfer erhöht, diese Temperatur etwa eine Stunde konstant gehalten, wonach ein konstanter Ofendruck von weniger als 10⁻² Pa erreicht ist, und anschließend ohne Zwischenabkühlen die Ofentemperatur weiter erhöht bis zu einem Endwert von 100 K bis 200 K oberhalb der Schmelztemperatur des Kupfers und diese Temperatur ca. 20 bis 30 Minuten beibehalten, wonach die in der Cr-Pulverschüttung enthaltene Porosität vollständig vom flüssigen Kupfer ausgefüllt ist.

Die Ofentemperatur dicht unterhalb des Schmelzpunktes von Kupfer kann bei einer technischen Durchführung bei 1273 K \pm 20 K liegen, wobei vorzugsweise ein Ofendruck im Bereich von 10⁻³ Pa erreicht wird.

Mit der erfindungsgemäßen Lehre wird ein Verfahren aufgezeigt, mit dem das beim Stand der Technik bereits erwähnte, sogenannte "Pulvertränken" erstmalig in wirtschaftlicher Weise durchgeführt werden kann. Durch die spezifische Parameterwahl ist eine vergleichsweise schnelle Verfahrensführung möglich, wobei ein hochwertiger Kontaktwerkstoff zur Verwendung als Schaltkontakte in Vakuum-Mittelspannungs-Leistungsschaltern erzeugt wird.

Für das erfindungsgemäße Verfahren kann aluminotermisch oder elektrolytisch hergestelltes Chrom verwendet werden. Im ersten Fall sollte das Cr-Pulver eine Teilchengrößenverteilung von 50 µm bis 200 µm haben, vonzugsweise aber mit Anteilen von mindestens 150 µm; im zweiten Fall kann die Teilchengröße darunter und zwar im Bereich ab 25 µm liegen.

Weiterhin hat es sich als zweckmäßig erwiesen, eine Arbeitsform aus Graphit zu verwenden, weil Kohlenstoff im flüssigen Kupfer in geringer Menge löslich ist und daher über einen Transport in der flüssigen Phase als Reduktionsmittel für Cr-Oxidverunreinigungen Anwendung findet.

Besonders vorteilhaft bei der Erfindung ist, daß kein festigkeitssteigernder Sinterprozeß mit Ausbildung von stabilen Sinterbrücken durchgeführt, sondern daß unmittelbar von der in einer Form befindlichen Cr-Pulverschüttung ausgegangen wird. Ohne Umschlagieren des Ofens und zusätzliche Handhabung von Sinterrollen kann das Porenvolumen der Pulverschüttung vollständig mit flüssigem Kupfer ausgefüllt werden, so daß

sich ein praktisch porenfreier Verbundwerkstoff ergibt.

Anhand nachfolgender Ausführungsbeispiele wird die Erfindung im einzelnen beschrieben:

Bei Verwendung von aluminothermisch hergestelltem Chrom mit einem maximalen Sauerstoffgehalt von 500 ppm wird das daraus erzeugte Cr-Pulver mit einer Teilchengröße mit Anteilen von mindestens 150 μm in eine vorher entgaste Graphitform eingefüllt. Der Tiegel besitzt z. B. einen Durchmesser von 85 mm und eine Länge von 250 mm und wird bis zu einer Höhe von etwa 180 mm mit Cr-Pulver gefüllt. Auf das Cr-Pulver wird sauerstoffarmes Kupfer als massives Stück aufgelegt, das den restlichen Tiegelinhalt füllt. Der Tiegel wird mit einem porösen Graphitdeckel verschlossen und im Hochvakuumofen zunächst solange bei Raumtemperatur entgast, bis ein Druck im Bereich von 10^{-3} Pa, also weniger als 10^{-2} Pa erreicht ist. Anschließend wird mit dem Aufheizen begonnen, das immer dann unterbrochen wird, wenn der Druck auf über 10^{-2} Pa ansteigt. Bei einer Temperatur von etwa

$$1\ 273\ \text{K} \left\{ \begin{array}{l} \pm 50\ \text{K} \\ \pm 20\ \text{K} \end{array} \right.$$

also unterhalb der Schmelztemperatur von Kupfer ($T_{\text{Sm}} \hat{=} 1\ 356\ \text{K}$), ist die eigentliche Entgasungstemperatur erreicht, die für eine Stunde, mindestens jedoch aber bis wieder ein Ofeninnendruck weniger als 10^{-2} Pa erreicht ist, beibehalten wird. Anschließend wird ohne Zwischenabkühlen die Temperatur weiter erhöht, bis zu einem Endwert, der 100 K bis 200 K oberhalb des Schmelzpunktes von Kupfer liegt. Die Temperatur kann z. B. 1 473 K sein, wobei bei dieser Temperatur nach etwa 30 Minuten ein praktisch vollständiges Ausfüllen der Poren in der Cr-Schüttung mit flüssigem Kupfer erreicht ist. Bei einem anderen Ausführungsbeispiel wird elektrolytisch hergestelltes Chrom verwendet, das einen maximalen Sauerstoffgehalt von ebenfalls 500 ppm hat. Das daraus erzeugte Cr-Pulver kann aber in diesem Fall eine Teilchengrößenverteilung haben, die kleiner als bei aluminothermisch hergestelltem Chrom ist, beispielsweise mit Teilchengrößen ab 25 μm . Ansonsten werden die einzelnen Verfahrensteilschritte entsprechend dem ersten Beispiel durchgeführt. Nach vollständiger Porenfüllung wird der gemäß obigen Beispielen hergestellte Rohling unter Vakuum abgekühlt. Nach dem Erkalten kann der Cr-Cu-Verbundblock in Kontaktstücke der erforderlichen Geometrie zerlegt werden. Werden metallographische Anschliffe des Werkstoffes hergestellt, so ist erkennbar, daß der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Verbundwerkstoff praktisch keine festigkeitssteigernden Sinterbrücken und praktisch keine Poren aufweist. Mit dem neuen Verfahren können somit reproduzierbar auf Cr-Cu-Basis Kontaktstücke erzeugt werden, welche geeignete Eigenschaften für Mittelspannungs-Vakuum-Leistungsschalter haben.

Bei dem auf Cr-Cu-Basis beschriebenen Ausführungsbeispielen sind in an sich bekannter Weise weitere Elemente als Zusätze verwendbar: Beispielsweise können einerseits durch Titan und Zirkon als Legierungsbestandteile zum Kupfer die Gettereigenschaften verbessert werden; andererseits können Eisen, Kobalt oder Nickel dem Cr-Pulver zugesetzt werden, um dadurch die Benetzungseigenschaften zu verbessern.

Die Handhabung der genannten Zusätze bei Cr-Cu-Verbundwerkstoffen ist im Zusammenhang mit der Erfindung beherrschbar und ändert nichts Grundsätzliches am beschriebenen Herstellungsverfahren.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen eines Verbundwerkstoffes aus Chrom und Kupfer als Kontaktwerkstoff für mittelspannungs-Vakuum-Leistungsschalter mit folgenden Verfahrensschritten:

- a) Cr-Pulver wird in eine entgaste Arbeitsform geschüttet,
- b) auf das Cr-Pulver wird ein Stück aus sauerstoffarmem Kupfer gelegt,
- c) anschließend wird die Arbeitsform mit einem porösen Deckel verschlossen,
- d) dann wird die Arbeitsform in einem Hochvakuumofen bei Raumtemperatur entgast, bis ein Druck von weniger als 10^{-2} Pa erreicht ist,
- e) danach wird die Ofentemperatur auf eine möglichst hohe Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur von Kupfer ($T_{\text{SMCu}} = 1083\ \text{°C} \hat{=} 1356\ \text{K}$) erhöht,
- f) diese Ofentemperatur wird ca. eine Stunde konstant gehalten, wonach ein konstanter Ofeninnendruck von weniger als 10^{-2} Pa erreicht ist,
- g) anschließend wird ohne Zwischenabkühlen die Ofentemperatur weiter erhöht bis zu einem Endwert von 100 K bis 200 K oberhalb der Schmelztemperatur des Kupfers und diese Temperatur ca. 20 bis 30 Minuten beibehalten, wonach die in der Cr-Pulverschüttung enthaltene Porosität vollständig vom flüssigen Kupfer ausgefüllt ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1 , **dadurch gekennzeichnet**, daß die Ofentemperatur bei Verfahrensschritt e)

$$1273 \text{ K} \left\{ \begin{array}{l} +50 \text{ K} \\ -20 \text{ K} \end{array} \right.$$

5

ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 , **dadurch gekennzeichnet**, daß der Druck bei Verfahrensschritt d) und f) im Bereich von 10^{-3} Pa liegt.

10 4. Verfahren nach Anspruch 1 , **dadurch gekennzeichnet** , daß bei Verwendung von aluminothermisch hergestelltem Chrom das daraus erzeugte Cr-Pulver eine Teilchengrößenverteilung zwischen $50 \mu\text{m}$ und $200 \mu\text{m}$ hat.

5. Verfahren nach Anspruch 4 , **dadurch gekennzeichnet** , daß Cr-Pulver mit einer Teilchengröße mit Anteilen von mindestens $150 \mu\text{m}$ verwendet wird.

15 6. Verfahren nach Anspruch 1 , **dadurch gekennzeichnet** , daß bei Verwendung von elektrolytisch hergestelltem Chrom das daraus erzeugte Cr-Pulver eine Teilchengrößenverteilung zwischen $25 \mu\text{m}$ und $200 \mu\text{m}$ hat.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6 , **dadurch gekennzeichnet** , daß eine Arbeitsform aus Graphit verwendet wird.

20

Claims

1. Process for the production of a composite material of chromium and copper as contact material for medium voltage-vacuum-power switches, comprising the following process steps:

25

a) Cr-powder is poured into a degassed working mould,

b) a piece of oxygen-poor copper is placed on the Cr powder,

c) the working mould is then closed with a porous cover,

d) then the working mould is degassed in a high-vacuum furnace at room temperature until a pressure of less than 10^{-2} Pa is reached,

30

e) the furnace temperature is then increased to the highest possible temperature below the melting temperature of copper ($T_{\text{SMCu}} = 1083^\circ\text{C} = 1356 \text{ K}$),

f) this furnace temperature is held constant for about an hour, after which a constant internal furnace pressure of less than 10^{-2} Pa is reached,

35

g) then, without intermediate cooling, the furnace temperature is again increased to a final value of 100 K to 200 K above the melting temperature of the copper and this temperature is maintained for about 20 to 30 minutes, after which the porosity comprised in the Cr-powder mass is completely filled with the liquid copper.

2. Process according to claim 1, **characterised in that** the furnace temperature in process step e) is

40

$$1273 \text{ K} \left\{ \begin{array}{l} + 50 \text{ K} \\ - 20 \text{ K} \end{array} \right.$$

45

3. Process according to claim 1, **characterised in that** the pressure in process step d) and f) is in the region of 10^{-3} Pa.

4. Process according to claim 1, **characterised in that** when aluminothermally-produced chromium is used the Cr powder produced therefrom has a particle size distribution of between $50 \mu\text{m}$ and $20 \mu\text{m}$.

50

5. Process according to claim 4, **characterised in that** Cr powder with a particle size with components of at least $150 \mu\text{m}$ is used.

6. Process according to claim 1, **characterised in that** when electrolytically produced chromium is used the Cr powder produced therefrom has a particle size distribution of between $25 \mu\text{m}$ and $200 \mu\text{m}$.

7. Process according to one of claims 1 to 6, **characterised in that** a working mould made of graphite is used.

55

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un matériau composite en chrome et en cuivre servant de matériau de contact pour des disjoncteurs de puissance sous vide à moyenne tension, qui consiste à effectuer les stades suivants :

- 5 a) à verser la poudre de Cr dans un moule de production dégazé,
 b) à mettre sur la poudre de Cr un morceau de cuivre pauvre en oxygène,
 c) à fermer ensuite le moule de production d'un couvercle poreux,
 d) à dégazer ensuite le moule de production à température ambiante dans un four sous vide poussé jusqu'à
 10 obtenir une pression inférieure à 10^{-2} Pa,
 e) à porter ensuite la température du four à une température la plus élevée possible, inférieure au point de fusion du cuivre $F_{Cu} = 1083^{\circ}\text{C} \approx 1356 \text{ K}$,
 f) à maintenir constante cette température du four pendant une heure environ en obtenant une pression à l'intérieur du four, constante, inférieure à 10^{-2} Pa,
 15 g) à élever ensuite davantage, sans refroidissement intermédiaire, la température du four jusqu'à une valeur finale supérieure de 100 K à 200 K au point de fusion du cuivre, et à maintenir cette température pendant 20 à 30 minutes environ en emplissant entièrement de cuivre liquide la porosité contenue dans le tas de poudre de Cr.

2. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** la température du four au stade e) du procédé est

20

$$1273 \text{ K} \left\{ \begin{array}{l} + 50 \text{ K} \\ - 20 \text{ K} \end{array} \right. .$$

25 3. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** la pression, aux stades d) et f) du procédé est de l'ordre de 10^{-3} Pa.

4. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que**, lorsque l'on utilise du chrome préparé par aluminothermie, la poudre de Cr ainsi obtenue a une répartition granulométrique comprise entre 50 μm et 200 μm .

30 5. Procédé suivant la revendication 4, **caractérisé en ce qu'il** consiste à utiliser de la poudre de Cr d'une granulométrie dont des parties ont une granulométrie d'au moins de 150 μm .

6. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que**, lorsque l'on utilise du chrome préparé par électrolyse, la poudre de Cr ainsi obtenue a une répartition granulométrique comprise entre 25 μm et 200 μm .

35 7. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce qu'il** consiste à utiliser un moule de production en graphite.

40

45

50

55