

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication: **0 408 469 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 90420315.5

(51) Int. Cl.⁵: **C22C 9/00, C22C 9/06, H01B 1/02**

(22) Date de dépôt: 04.07.90

(30) Priorité: 07.07.89 FR 8909906

(43) Date de publication de la demande:
16.01.91 Bulletin 91/03

(94) Etats contractants désignés:
DE ES GB IT NL

(71) Demandeur: **TREFIMETAUX**
11 bis, rue de l'Hôtel de Ville
F-92400 Courbevoie(FR)

(72) Inventeur: **Gandossi, Christian**

23 rue P. et M. Curie
F-60590 Serifontaine(FR)
Inventeur: **Picault, Alain**
14 rue des Erables
F-78200 Mantes-la-Ville(FR)
Inventeur: **Mineau, Laurent**
7 rue Lieutenant Chabal
F-38100 Grenoble(FR)

(74) Mandataire: **Séraphin, Léon et al**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cedex 03(FR)

(54) **Alliage de cuivre-fer-cobalt-titane à hautes caractéristiques mécaniques et électriques et son procédé de fabrication.**

(57) Procédé de fabrication d'un alliage Cu Fe Co Ti caractérisé en ce que :

- a) on prépare un alliage Cu Fe Co Ti contenant
Fe 0,030 à 2 %
Co 0,025 à 1,8 %
Ti 0,025 à 4 %

reste Cu, avec une teneur en impuretés métalliques inférieure à 0,1% avec chacune d'elle inférieure à 0,015% avec un rapport (Ti/Fe + Co) compris entre 0,3 et 1 et un rapport Co/Fe compris entre 0,10 et 0,90

- b) on désoxyde au bore le bain de l'alliage liquide

- c) on soumet l'alliage en cours de transformation à un traitement de précipitation, à une température inférieure, d'au plus 80 °C, à celle correspondant à la conductivité électrique maximum.

Alliage obtenu selon ce procédé et application de cet alliage à l'électronique et à la connectique.

EP 0 408 469 A1

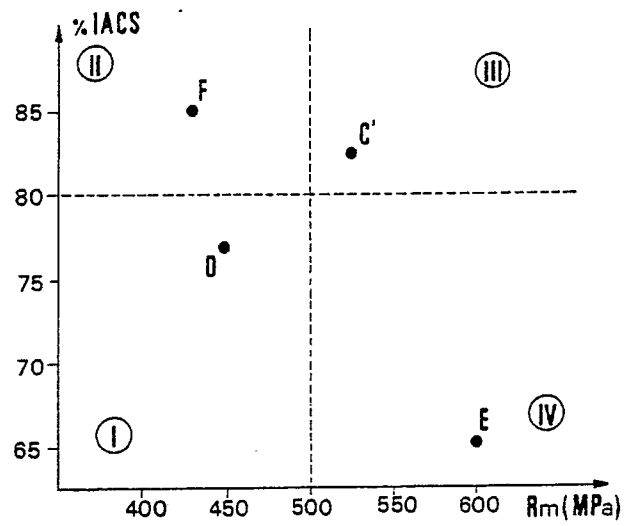


FIG.4

ALLIAGE DE CUIVRE-FER-COBALT-TITANE A HAUTES CARACTERISTIQUES MECANQUES ET ELECTRIQUES ET SON PROCEDE DE FABRICATION

La présente invention concerne un alliage cuivre-fer-cobalt-titane, son procédé pour le fabriquer, ainsi que son domaine d'utilisation.

L'interconnexion électrique évolue rapidement. Que ce soit dans le domaine de l'électronique (grilles de support de composants, contacts), ou dans le domaine de la connectique (clips, cosses, connecteurs), la dimension des pièces véhiculant le courant électrique diminue sans cesse. D'autre part, la complexité de la forme de ces contacts ne fait qu'augmenter.

Le fabricant d'alliages et de demi-produits cuivreux est donc soumis au challenge suivant : augmenter la conductivité électrique et thermique des alliages traditionnels pour limiter l'échauffement des connecteurs et conserver ou améliorer le niveau des propriétés mécaniques. L'amélioration de ces propriétés mécaniques doit inclure bien évidemment l'aptitude de l'alliage à être déformé suivant les directions parallèles et perpendiculaires au sens de laminage.

Pour la connectique on emploie généralement des bronzes de 4 à 9% d'étain qui présentent d'excellentes propriétés mécaniques et une déformabilité adaptée à ce type d'application. Cependant, leur conductivité électrique qui varie de 12 à 20% IACS est insuffisante car elle limite la miniaturisation des connecteurs à cause du problème d'échauffement.

Pour l'électronique, par exemple dans le domaine des grilles de supports, on emploie généralement des alliages cuivre-fer (C19400) qui présentent une conductivité de 65% IACS. Toutefois le compromis propriétés mécaniques/tenue à l'adoucissement fait que ces alliages ne peuvent être employés lorsque les températures d'encapsulation sont trop élevées et dépassent 400 °C.

Sauf mention contraire, toutes les compositions d'alliages de cette demande de brevet sont en pourcentage pondéral.

On connaît depuis longtemps un alliage ternaire de cuivre à 2% de nickel et à 0,5% de silicium qui a de bonnes propriétés mécaniques (résistance mécanique 600 MPa); cependant un tel alliage a une conductivité électrique limitée à 60% IACS à cause de la solubilité du précipité Ni_2Si .

Par ailleurs, le brevet US 4 559 200 montre les améliorations qu'apportent de faibles ajouts de magnésium ou de nickel à un alliage CuFeTi .

Plus récemment un alliage cuivre-fer-cobalt-titane décrit dans le brevet polonais n° 115185 a été proposé couvrant une large plage de compositions. Ces alliages peuvent atteindre 85% IACS de conductivité pour une résistance à la traction de 440 MPa. Cependant ces propriétés pour être atteintes nécessitent deux traitements thermiques.

Jusqu'à présent on ne savait donc pas fabriquer de façon économique un alliage présentant à la fois de hautes caractéristiques mécaniques, typiquement une résistance mécanique supérieure à 500 MPa et une conductivité élevée, supérieure à 80% IACS.

L'invention a pour objet un alliage de cuivre à haute résistance mécanique, nettement supérieure à 500 MPa, à conductivité supérieure à 80% IACS et présentant outre une bonne tenue à l'adoucissement, un coût de fabrication peu élevé.

Selon l'invention l'obtention de ces performances élevées résulte de la mise en oeuvre de trois types de moyens se situant à différents stades du processus d'élaboration de l'alliage et des demi-produits issus de cet alliage: il s'agit de moyens concernant la composition de l'alliage, la désoxydation du bain de l'alliage liquide qui permet d'éviter la fabrication sous vide et la température de précipitation lors de la mise en forme de l'alliage.

Plus précisément, le procédé selon l'invention est caractérisé par le fait que:

1) la composition de l'alliage satisfait aux conditions suivantes (composition pondérale):

- rapport Co/Fe compris entre 0,10 et 0,90
- rapport Ti/(Fe + Co) compris entre 0,30 et 1
- teneur en fer comprise entre 0,030 et 2%
- teneur en cobalt comprise entre 0,025 et 1,8%
- teneur en titane comprise entre 0,025 et 4%
- teneur en oxygène inférieure à 50 ppm
- teneur en impuretés métalliques inférieure à 0,1% avec chacune d'elle inférieure à 0,015%
- reste cuivre

2) le bain de l'alliage liquide est désoxydé au bore

3) le traitement thermique de précipitation est réalisé à une température inférieure, d'au plus 80 °C, à la température TM du traitement de précipitation conduisant à la conductivité maximum.

Ces trois moyens vont être détaillés et situés par rapport à l'art antérieur.

En étudiant les propriétés des alliages Cu Fe Co Ti de l'art antérieur, la demanderesse a observé que la conductivité électrique variait considérablement en fonction du rapport $Ti/(Fe + Co)$ et surtout de manière erratique comme le montre la figure 1 de l'exemple 1, ce qui ne permet donc pas de sélectionner des alliages Cu Fe Co Ti de hautes performances électriques bien que soit respecté le rapport $Ti/(Fe + Co)$, qui traduit la stoechiométrie des précipités possibles ($FeTi$, Fe_2Ti , $CoTi$, Co_2Ti).

Poursuivant l'analyse des performances de ces alliages, la demanderesse a eu la surprise de constater que le rapport Co/Fe avait une grande influence sur la conductivité électrique de ces alliages. La figure 2 de l'exemple 1 montre que ce rapport est hautement significatif pour exprimer la variabilité de la conductivité électrique. Dans le domaine où Co/Fe est compris entre 0,1 et 0,9 et plus particulièrement entre 0,15 et 0,45 la conductivité électrique est particulièrement élevée. Il convient de noter que les valeurs de conductivité électrique de l'exemple 1 sont à considérer de manière relative et non absolue, ces essais étant des essais de sélection au laboratoire, qui ne reproduisent pas nécessairement exactement tous les moyens utilisables industriellement, ce qui influe sur les valeurs absolues de conductivité.

De préférence, les compositions en fer, cobalt, titane sont comprises respectivement entre 0,1 et 1%, entre 0,05 et 0,4 et entre 0,035 et 0,6%, quant à la teneur en oxygène résiduel elle est de préférence inférieure à 20 ppm.

C'est la précipitation d'un composé bien défini riche en fer et titane avec du cobalt qui confère à l'alliage ses propriétés exceptionnelles : résistance mécanique, conductivité, formabilité.

L'obtention d'alliages performants nécessite une désoxydation du bain de l'alliage liquide, notamment pour avoir la maîtrise de la composition du bain et éviter que les éléments d'addition, le titane en particulier, ne jouent le rôle d'agent de désoxydation et ne soient éliminés.

La composition est également bien contrôlée par une élaboration sous vide, la teneur en oxygène étant alors très faible, généralement inférieure à 0,0005%. Mais en raison du coût élevé, la demanderesse a préféré une fusion classique, avec désoxydation du bain.

La demanderesse a ainsi réalisé des essais semi-industriels avec désoxydation du bain d'alliage Cu Fe Co Ti de composition selon l'invention. Elle a observé que le phosphore, agent de désoxydation souvent utilisé dans l'art antérieur, ne conduisait pas à un alliage très performant, aussi a-t-elle étudié et comparé plusieurs agents de désoxydation (voir exemple 2) : le phosphore, le magnésium et le bore. La demanderesse a constaté avec surprise que le bore conduisait à des alliages plus performants que ceux obtenus avec le phosphore ou le magnésium bien que ce dernier soit, sur la base de données thermodynamiques, l'agent de désoxydation le plus puissant des trois. En effet, on constate que d'une part le bore permet d'obtenir un bain de faible teneur en oxygène résiduel, que d'autre part l'oxyde de bore formé s'élimine facilement du bain contrairement aux autres oxydes, ce qui, entre autres conséquences, évite les points durs de l'alliage lors de découpe à grande vitesse, et enfin que la teneur résiduelle en bore dans l'alliage est très faible, généralement inférieure à 0,0005%, (mais cependant détectable); la conséquence en est un niveau élevé de conductivité et une température TM relativement basse, TM étant la température du traitement de précipitation qui conduit à la conductivité maximum (voir figure 3 de l'exemple 2); enfin il faut noter la plus grande finesse de dispersion des précipités dans le cas de la désoxydation au bore.

Le traitement de précipitation s'insère dans la phase de transformation de l'alliage qui comporte, après la coulée de l'alliage, son homogénéisation entre 800°C et 1000°C pendant un temps compris entre 0,1 et 10 heures, son laminage à chaud jusqu'à 650°C suivi d'une trempe éventuelle pouvant varier de 20°C/min à 2000°C/min, son laminage à froid avec un ou plusieurs recuits intermédiaires; cependant, l'excellente déformabilité à froid de l'alliage selon l'invention permet généralement sa mise en forme avec seulement un traitement thermique de précipitation, ce qui constitue une gamme économique.

Les propriétés des demi-produits obtenus qu'il s'agisse de la conductivité électrique ou des caractéristiques mécaniques, dépendent aussi de la phase de transformation et notamment du traitement thermique de précipitation.

En ce qui concerne la conductivité, la figure 3 de l'exemple 2 montre que la conductivité passe par un maximum pour une température de précipitation TM ($TM = 515^\circ C$ pour l'essai C) et que ce maximum a une forme aplatie : la conductivité reste élevée pour un large domaine de température, entre 475 et 550°C pour l'essai C et dans ce domaine, la pente de la courbe donnant la conductivité en fonction de la température est faible et inférieure à 0,2% IACS/ $^\circ C$.

La demanderesse a observé que contrairement à ce que l'on pouvait supposer, il est avantageux de soumettre l'alliage selon l'invention à un traitement de précipitation à une température inférieure à TM : dans ce cas là, pour une perte minime en conductivité électrique les caractéristiques mécaniques augmentent de manière très significative.

Ainsi, la comparaison des exemples 2 et 3 (essais C et C') montre que la conductivité passe de 83,5 à 83%

IACS (-1%) alors que la résistance mécanique passe de 488 MPa à 525 MPa (+ 7,6%).

Par température inférieure à T_M , il faut entendre toute température correspondant au niveau de conductivité souhaité ($> 80\%$ IACS) ; la détermination graphique (voir figure 3) est immédiate: l'intersection de la droite d'ordonnée 80% IACS avec la courbe C détermine la température minimum T_m .

- 5 Selon l'invention le traitement de précipitation a lieu à une température comprise entre T_M et T_m et de préférence proche de T_m pour obtenir des propriétés "équilibrées" selon l'invention: $\% \text{ IACS} > 80$ et $R_m > 500 \text{ MPa}$. En général, T_m sera, au plus, inférieur de 80°C à T_M ; une autre méthode pour définir T_m est de considérer la pente de la courbe $\% \text{ IACS}$ en fonction de la température : T_m correspond à la température où la pente commence à augmenter sensiblement et atteint par exemple la valeur de $0,3 \%$ IACS/ $^\circ \text{C}$. C'est la zone de changement de pente qui est préférée.

L'exemple 3 montre bien que seul l'alliage selon l'invention (essai C') présente des propriétés élevées à la fois en conductivité et propriétés mécaniques mais il faut cependant noter l'intérêt de ce type de traitement pour augmenter fortement les caractéristiques mécaniques des autres alliages (essais A' et B') lorsque des conductivités moyennes (vers 70% IACS) sont suffisantes.

- 15 D'une manière plus générale, un traitement de précipitation "à basse température", entre 350° et 550°C donnera une résistance mécanique maximum (essais A' et B') alors qu'un traitement à "haute température" entre 450° et 650°C conduira plutôt à une conductivité maximum, le domaine commun entre 450° et 550° étant celui où les propriétés mécaniques et de conductivité sont "équilibrées".

- La durée des traitements de précipitation varie selon la technologie utilisée : de 1 heure à 10 heures en four statique et de 10 secondes à 30 minutes en four à passage.

A partir de l'alliage selon l'invention, il est possible de renforcer les propriétés mécaniques en ajoutant à la composition de base des éléments tels que l'aluminium, l'étain, le zinc, le nickel, l'argent, le chrome, le beryllium, les terres rares. La somme totale de ces éléments doit être inférieure à $1,5\%$ si l'on veut garder une conductivité suffisante : ces additions d'éléments diminuant en général la conductivité électrique ne constituent qu'une modalité secondaire de l'invention.

- L'invention montre que seule la combinaison de moyens particuliers que sont la composition de l'alliage avec un rapport $\frac{\text{Co}}{\text{Fe}}$ précis, le choix particulier d'un agent de désoxydation et d'une plage de température pour le traitement de précipitation, permet d'obtenir à la fois une conductivité électrique et une résistance mécanique élevées. L'exemple 4 illustre bien les propriétés "classiques" des alliages de l'art antérieur : quand ils ont une conductivité électrique élevée leur résistance mécanique est faible et réciproquement. Il montre clairement les performances avantageuses du produit obtenu selon l'invention.

Comme déjà mentionné, la gamme d'élaboration des alliages selon l'invention est particulièrement économique car des taux d'écrouissage élevés peuvent être atteints avec un seul traitement thermique: le traitement thermique de précipitation.

- 35 Les alliages de l'invention sont appropriés aux applications nécessitant simultanément une conductivité et une résistance mécanique élevées, ils sont recommandés pour la fabrication d'éléments conducteurs pour l'électronique et en connection et en particulier pour des applications telle que les leadframes, les ressorts de contact, les connexions.

40

DESCRIPTION DES FIGURES ET EXEMPLES

- La figure 1 illustre, sur un diagramme ayant en abscisse le rapport $\text{Ti}/(\text{Fe} + \text{Co})$ et en ordonnée la conductivité électrique en $\% \text{ IACS}$, les résultats obtenus pour les 7 essais notés R1 à R7, décrits à l'exemple 1.

- La figure 2 illustre, sur un diagramme ayant en abscisse le rapport Co/Fe et en ordonnée la conductivité électrique en $\% \text{ IACS}$, les résultats obtenus pour les 7 essais, notés R1 à R7, décrits à l'exemple 1, qui permettent le tracé d'une courbe.

- La figure 3 illustre, sur un diagramme ayant en abscisse la température en $^\circ \text{C}$ et en ordonnée la conductivité électrique en $\% \text{ IACS}$, les variations de conductivité électrique en fonction de la température de traitement de précipitation pour chacun des trois agents de désoxydation étudiés à l'exemple 2 le magnésium (courbe A), le phosphore (courbe B), le bore (courbe C).

- La figure 4 illustre, sur un diagramme ayant en abscisse la résistance mécanique en MPa, et en ordonnée la conductivité électrique en $\% \text{ IACS}$, les performances de l'alliage obtenu selon l'invention (C'), selon le brevet polonais n° 115185, (D et F) et selon le brevet américain n° 4559200 (E), comme indiqué à l'exemple 4. La zone (III) où se trouve l'alliage obtenu selon l'invention est celle des alliages ayant à la fois des caractéristiques mécaniques et une conductivité électrique élevées.

EXEMPLE 1

Dans cet exemple, on étudie l'influence de la composition de l'alliage sur la conductivité électrique.

Sept alliages Cu Fe Co Ti, référencés de R1 à R7, ont été élaborés au laboratoire, par fusion des éléments purs (Cu C2, Fe électrolytique, Co électrolytique, Ti 140 fourni par CEZUS), dans un creuset en nitrure de bore chauffé au four à induction. La fusion a été réalisée sous argon, à la pression atmosphérique. Ces conditions de laboratoire permettent d'élaborer des alliages Cu Fe Co Ti sans qu'il soit nécessaire de désoxyder le bain, de manière à obtenir des résultats dépendant essentiellement de la composition de l'alliage.

Le tableau 1 indique la composition de ces alliages

TABLEAU 1

REFERENCE DE L'ALLIAGE	TENEUR PONDERALE				Co/Fe
	%Fe	%Co	%Ti	%Cu	
R 1	0,84	0	0,28	Complément à 100	0
R 2	0,66	0,18	0,32	Complément à 100	0,27
R 3	0,35	0,35	0,25	Complément à 100	1
R 4	0,21	0,51	0,28	Complément à 100	2,4
R 5	0,31	0,09	0,29	Complément à 100	0,29
R 6	0,22	0,19	0,28	Complément à 100	0,86
R 7	0,11	0,27	0,28	Complément à 100	2,45

TABLEAU 1

Le métal liquide est coulé dans une lingotière en cuivre refroidie à l'eau. La lingotière permet de couler des billettes d'environ 16 mm de diamètre pour 100 mm de hauteur, soit environ une charge de 180 g.

Des échantillons parallélépipédiques de 3 x 3 x 50 mm sont ensuite découpés dans les lingots. C'est sur ces barrettes que sont effectués les différents traitements thermiques et mécaniques:

a) d'homogénéisation: les échantillons bruts de coulée, enveloppés dans une feuille de molybdène, sont enfermés dans une ampoule à quartz sous vide. L'ampoule est ensuite placée au coeur d'un bloc d'acier chauffé par un four à résistance à la température de traitement, à 920 °C. Après deux heures de maintien à cette température, l'ampoule est brisée dans une cuve d'eau.

b) d'écrouissage: les alliages sont laminés à froid après le traitement d'homogénéisation. Ce taux d'écrouissage appliqué est d'environ 80%, soit une épaisseur finale de bande de 0,5 mm, obtenue en une dizaine de passes successives.

c) de précipitation: les échantillons sont chauffés dans un four à résistance sous pression atmosphérique d'argon dans les conditions suivantes: chauffage depuis la température ambiante jusqu'à 200 °C, palier d'une heure à cette température, montée de 200 ° à la température de précipitation à 200 °C/heure, maintien pendant 1 heure à la température de précipitation, puis refroidissement à 400 °C/heure.

Le Tableau 2 qui suit indique la conductivité de chaque alliage exprimé en % IACS mesurée à la température ambiante, en fonction de la température de précipitation:

TABLEAU 2

REFERENCE DE L'ALLIAGE	TEMPERATURE DE PRECIPITATION				
	400 ° C	500 ° C	530 ° C	560 ° C	600 ° C
R 1		61,4	62,7	62,8	56
R 2	49	63,6	71,7	<u>77,7</u>	77,4
R 3		60,3	65	<u>65,7</u>	63
R 4	44	58,5	60,7	<u>61,0</u>	60,8
R 5	39,7	64	71,5	<u>76,1</u>	73,3
R 6	44,5	65	74,2	<u>74,6</u>	<u>75,3</u>
R 7	44,4	62	65,6	<u>67,6</u>	<u>63</u>

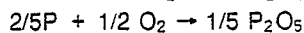
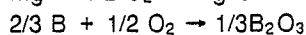
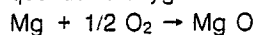
Le Tableau 2 montre que les valeurs maximum de conductivité, exprimées en %IACS et soulignées dans ce tableau, sont obtenues pour une température de précipitation voisine de 560 ° C et que ces valeurs maximum sont très dispersées.

L'analyse de ces résultats selon le critère de l'art antérieur (rapport $Ti/(Fe + Co)$ du brevet polonais n° 115185) montre que, d'une part dans le domaine 0,25 - 1 pour $Ti/(Fe + Co)$ revendiqué pour ce rapport, la conductivité varie beaucoup pour des valeurs voisines (comparaison des essais R1, R2, R3, R4 entre eux et des essais R5, R6, R7 entre eux) et que, d'autre part ce rapport $Ti/(Fe + Co)$ ne permet pas de déterminer le domaine favorable des hautes conductivités puisque les 7 points représentatifs ne permettent pas de tracer une courbe présentant de manière indiscutable un maximum (voir figure 1).

Par contre, l'analyse de ces résultats selon le critère trouvé par la demanderesse (le rapport $\frac{Co}{Fe}$ permet, comme le montre la Figure 2, de sélectionner les alliages à conductivité élevée quand ce rapport $\frac{Co}{Fe}$ est compris entre 0,1 et 0,9 et de préférence quand il est compris entre 0,15 et 0,45.

EXEMPLE 2

Dans cet exemple, on étudie, dans des conditions voisines des conditions industrielles, l'influence du mode de désoxydation du bain en réalisant trois essais ayant un rapport $\frac{Co}{Fe}$ voisin et différent par le choix de l'agent de désoxydation: le magnésium (essais A), le phosphore (essais B), le bore (essais C). Ces trois agents de désoxydation sont introduits dans le bain liquide de façon à neutraliser la même quantité d'oxygène.



Compte tenu des masses atomiques du magnésium, du phosphore et du bore et si l'on se base sur une quantité de 0,06% de Mg alors il faut 0,03% de P et 0,018% de B pour neutraliser la même quantité d'oxygène. Dans un four à induction de 10 kg de capacité utile, on fait fondre à 1250 ° C dans un creuset en graphite, le cuivre, le fer, le cobalt, ces deux derniers étant sous forme d'alliages mère. On ajoute ensuite le bore ou le phosphore ou le magnésium et le titane également sous forme d'alliage mère puis on procède à un dégazage. Le tableau 3 indique la composition de la charge pour chaque essai:

TABLEAU 3

	Fe	Co	Ti	B	P	Mg
ESSAI A	0,49%	0,09%	0,42%	-	-	0,06%
ESSAI B	0,42%	0,11%	0,33%	-	0,025%	-
ESSAI C	0,51%	0,12%	0,28%	0,0150	-	-

Pendant toutes ces opérations, le bain est recouvert de charbon de bois. On coule à environ 1200 ° C. Les plateaux sont ensuite homogénéisés à 920 ° C pendant deux heures puis laminés à chaud en plusieurs

EP 0 408 469 A1

passes. Après la dernière passe, ils sont trempés dans l'eau à environ 700 ° C. Après fraisage à 9 mm, les plateaux sont laminés à froid sans recuit intermédiaire jusqu'à obtenir des bandes de 0,8 mm d'épaisseur. Les alliages sont alors soumis à un traitement de précipitation pendant 4 heures à la température TM ci-dessous, comprise entre 500 ° C et 600 ° C, conduisant à la conductivité optimum (voir figure 3):

5 essai A 575 ° C

essai B 535 ° C

essai C 515 ° C

Ce traitement thermique est suivi d'un laminage final avec réduction d'épaisseur de 44%.

On obtient des alliages présentant les caractéristiques suivantes:

10

TABLEAU 4

15

	CONCENTRATION RESIDUELLE EN AGENT DE DESOXYDATION (EN %)	CONCENTRATION RESIDUELLE EN O ₂ (EN %)
ESSAI A	0,0270	0,0014
ESSAI B	0,0100	< 0,0005
ESSAI C	< 0,0005	< 0,0005

20

et les propriétés mécaniques et propriétés de conductivité suivantes:

25

TABLEAU 5

30

	CONDUCTIVITE (% IACS)	RESISTANCE MECANIQUE (MPa)	PLIAGE 90 ° r/e
ESSAI A	68,5	492	0
ESSAI B	75,5	471	0
ESSAI C	83,5	488	0

35

EXEMPLE 3

40

Cet exemple illustre une modalité de la mise en forme d'alliages élaborés en tous points comme à l'exemple 2 (l'essai A' de l'exemple 3 correspond à l'essai A de l'exemple 2, de même pour B' et C'), sauf que le traitement de précipitation a lieu à plus basse température (505 ° C pour A', 485 ° C pour B', 475 ° C pour C') pendant 4 heures et que le laminage final correspond à une réduction d'épaisseur de 29%:

45 On obtient les propriétés suivantes:

TABLEAU 6

50

	CONDUCTIVITE (% IACS)	RESISTANCE MECANIQUE (MPa)	PLIAGE 90 ° C r/e
ESSAI A'	65,5	583	0
ESSAI B'	69,5	565	0
ESSAI C'	83	525	0

55

Ces alliages présentent, après maintien de 30 minutes à 450 ° C une dureté supérieure à 130 HV, ce qui

illustre leur excellente résistance à l'adoucissement.

EXEMPLE 4

Cet exemple compare l'invention à l'art antérieur pour une gamme de transformation ne comportant qu'un seul traitement thermique (recuit de précipitation):

essai C' : exemple 3

essai D : selon brevet polonais n° 115185

10 essai E : selon brevet américain n° 4 559 200

La figure 4 situe ces essais dans un plan ayant en abscisse la résistance mécanique et en ordonnée la conductivité électrique et illustre clairement l'intérêt de l'invention.

L'essai F, non comparatif, est donné à titre d'information: il correspond à l'essai D mais avec une gamme de transformation comportant deux traitements thermiques au lieu d'un.

Revendications

1) Procédé de fabrication d'alliage de Cu Fe Co Ti, comportant une phase d'élaboration de l'alliage et une phase de transformation de l'alliage comportant un traitement thermique de précipitation, caractérisé en ce que:

a) on prépare un alliage dont la composition satisfait aux conditions suivantes (compositions pondérales):

- rapport Co/Fe compris entre 0,10 et 0,90

- rapport Ti/(Fe + Co) compris entre 0,30 et 1

25 - teneur en fer comprise entre 0,030 et 2%

- teneur en cobalt comprise entre 0,025 et 1,8%

- teneur en titane comprise entre 0,025 et 4%

- teneur en oxygène inférieure à 50 ppm

- teneur en impuretés métalliques inférieure à 0,1% avec chacune d'elle inférieure à 0,015%

30 - reste cuivre

b) On désoxyde le bain de l'alliage liquide en introduisant du bore dans le bain et en éliminant l'oxyde de bore formé.

c) On soumet l'alliage écroui à un traitement thermique de précipitation à une température inférieure, d'au plus 80°C, à la température TM qui conduit à la conductivité électrique maximum.

35 2) Procédé selon la revendication 1 dans lequel le rapport $\frac{Co}{Fe}$ est compris entre 0,15 et 0,45.

3) Procédé selon la revendication 2 dans lequel la teneur en oxygène est inférieure à 20 ppm

4) Procédé selon la revendication 2 dans lequel la teneur en fer est comprise entre 0,1 et 1%.

5) Procédé selon la revendication 2 dans lequel la teneur en cobalt est comprise entre 0,05 et 0,4%.

6) Procédé selon la revendication 2 dans lequel la teneur en titane est comprise entre 0,035 et 0,6%.

40 7) Procédé selon la revendication 2 dans lequel on introduit le titane sous forme d'alliage-mère après introduction du bore de façon à éviter des pertes de titane et à éviter une fusion et une coulée sous vide.

8) Procédé selon la revendication 2 dans lequel le traitement thermique de précipitation est réalisé à une température, inférieure à la température TM, pour laquelle la pente de la courbe conductivité électrique en % IACS en fonction de la température est comprise entre 0,1 et 0,3 % IACS/°C.

45 9) Alliage obtenu selon une quelconque des revendications 1 à 8.

10) Alliage selon la revendication 9 caractérisé en ce qu'il contient moins de 10 ppm de bore.

11) Application de l'alliage selon l'une quelconque des revendications 9 et 10 à la fabrication d'éléments conducteurs pour l'électronique et la connectique et en particulier de grilles de support de composants, les ressorts de contact, les connexions.

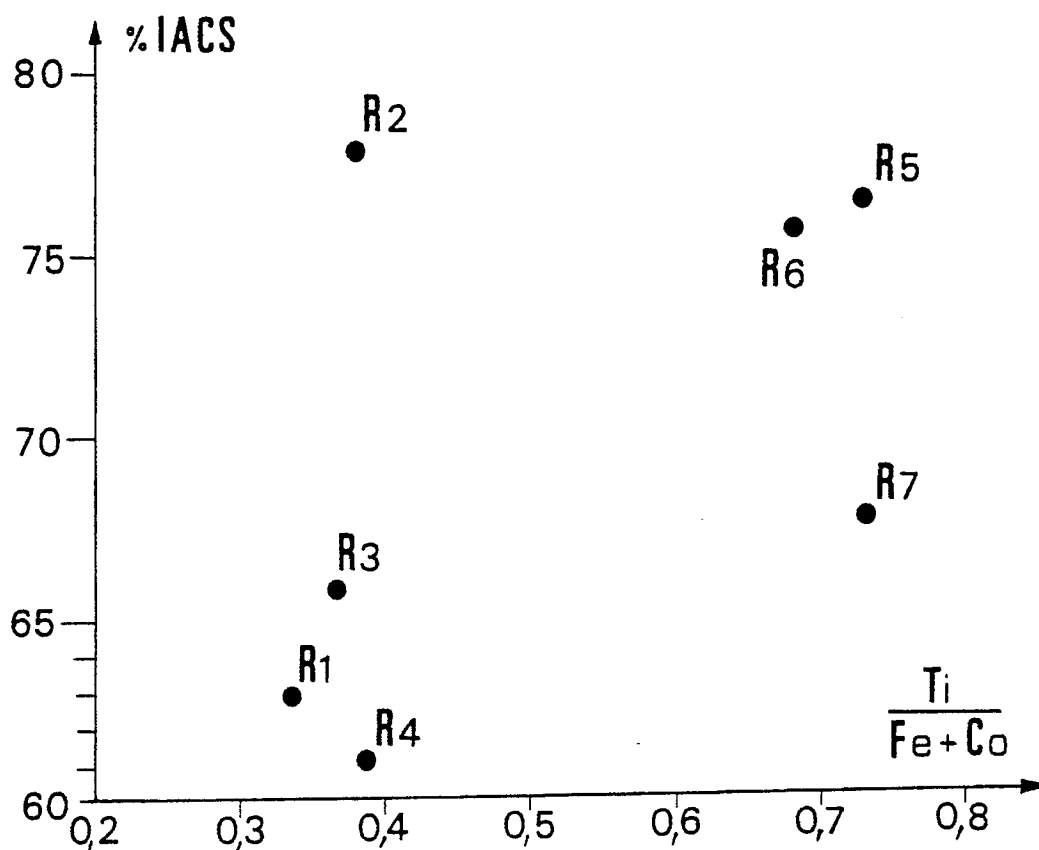


FIG. 1

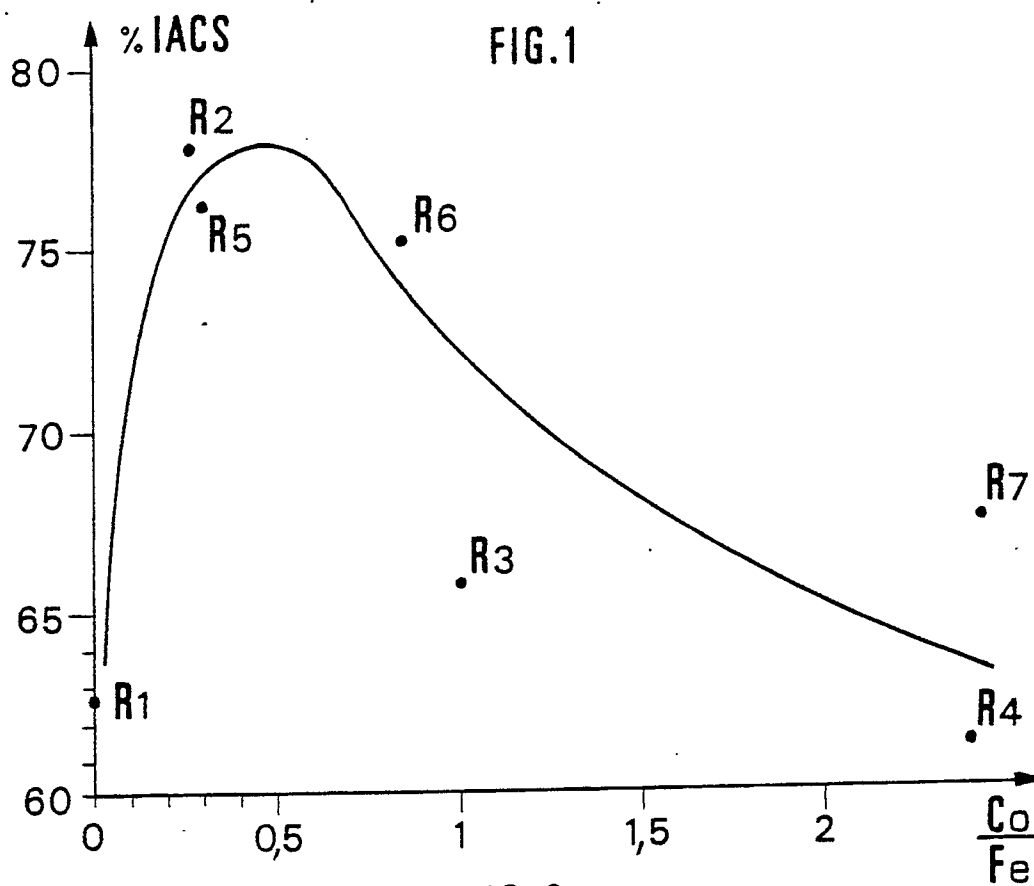


FIG. 2

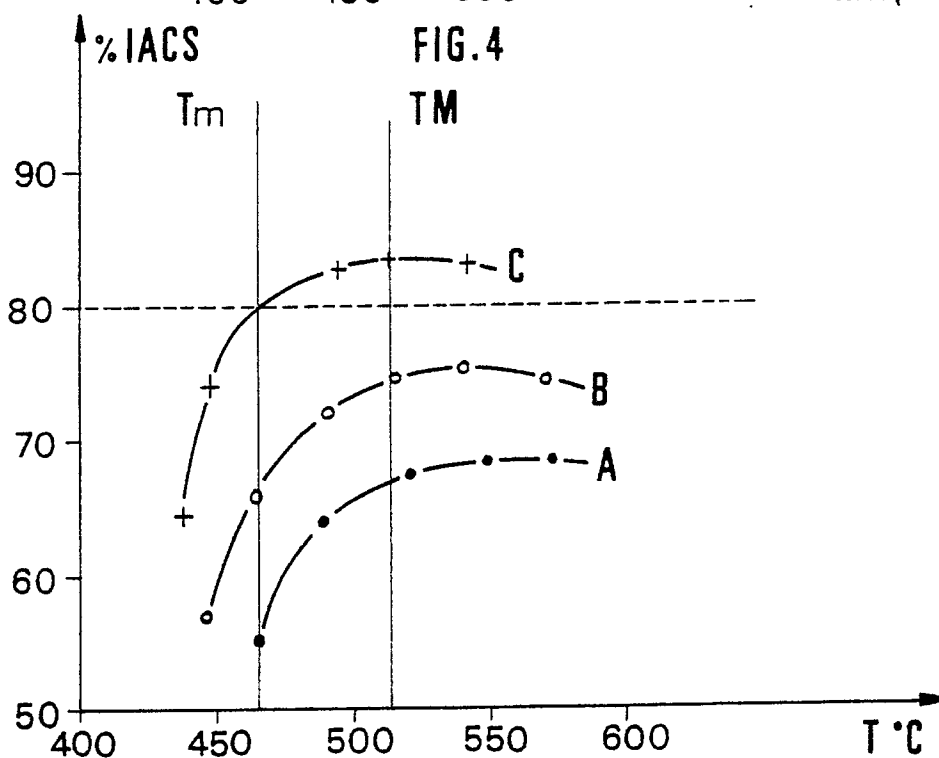
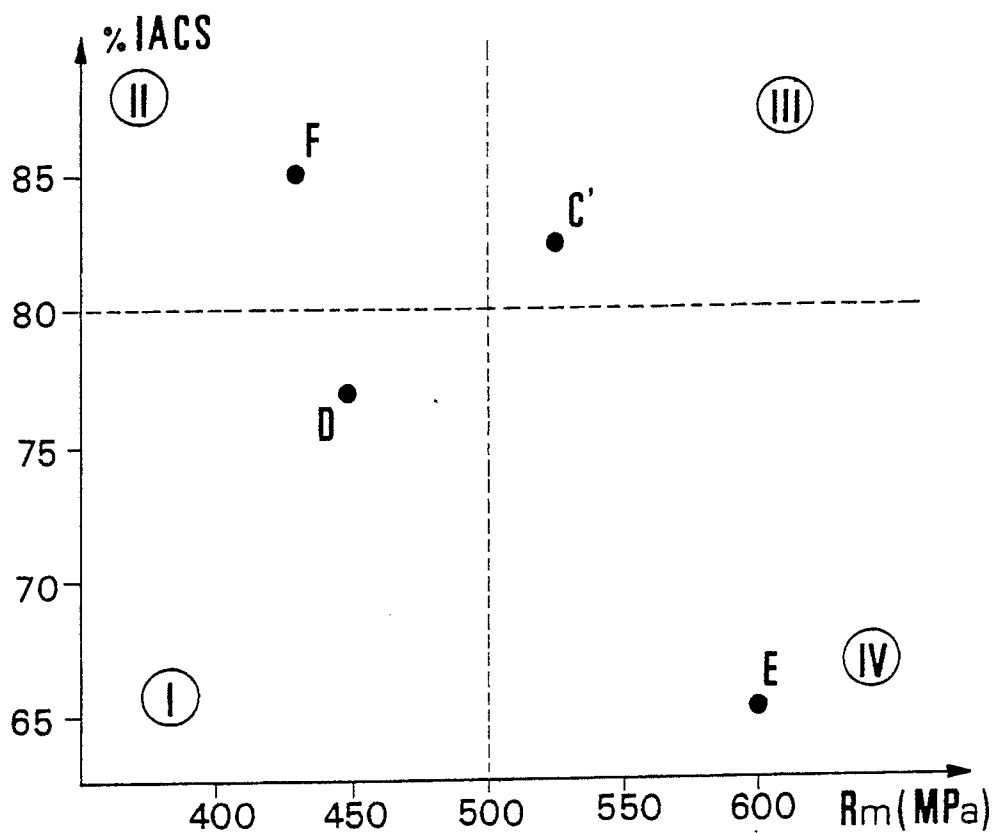


FIG. 3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 42 0315

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	DE-A-3 429 393 (MITSUI MINING & SMELTING CO.) * Revendications 1-3 * & US-A-4 559 200 (Cat. A,D) ---	1	C 22 C 9/00 C 22 C 9/06 H 01 B 1/02
A	US-A-2 783 143 (JOHNSON et al.) * Revendications 1-7 * -----	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 22 C H 01 B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 02-10-1990	Examineur LIPPENS M.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	