

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 883 141 A1**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
09.12.1998 Bulletin 1998/50

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **H01F 1/14**, H01F 1/147,  
H01F 1/153

(21) Numéro de dépôt: **98401043.9**

(22) Date de dépôt: **29.04.1998**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**

Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorité: **04.06.1997 FR 9706849**

(71) Demandeur: **Mecagis**  
**92800 Puteaux (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Couderchon, Georges**  
**58160 - Sauvigny-lès-Bois (FR)**

• **Verin, Philippe**  
**58160 - Sauvigny-lès-Bois (FR)**

(74) Mandataire: **Ventavoli, Roger**  
**USINOR,**  
**Direction Propriété Industrielle,**  
**Immeuble "La Pacific",**  
**La Défense,**  
**11/13 Cours Valmy,**  
**TSA 10001**  
**92070 La Défense (FR)**

(54) **Procédé de traitement thermique sous champ magnétique d'un composant en matériau magnétique doux**

(57) Procédé de traitement thermique sous champ magnétique d'un composant magnétique en matériau magnétique doux à faibles anisotropies tel que, par exemple, un alliage FeNiMo 15-80-5, un alliage base Co amorphe ou un alliage FeSiCuNbB nanocristallin, selon lequel on effectue un recuit du composant magnétique à une température inférieure au point de Curie du matériau magnétique, et, pendant le recuit, on soumet

le composant magnétique à un champ magnétique longitudinal ou transversal, unidirectionnel, continu ou alternatif, dans lequel le champ magnétique est appliqué sous forme d'une succession de créniaux comportant chacun une première partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique atteint une valeur maximale, et une deuxième partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique a une valeur minimale.

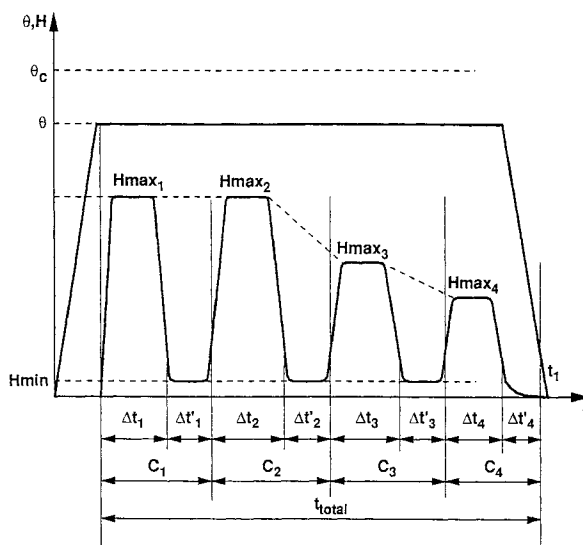


Fig. 1

EP 0 883 141 A1

## Description

La présente invention concerne un procédé de traitement thermique sous champ magnétique d'un composant magnétique, par exemple d'un noyau magnétique pour disjoncteur différentiel, constitué d'un alliage magnétique doux tel qu'un alliage FeNiMo 15-80-5, un alliage base Co amorphe ou un alliage FeSiCuNbB nanocristallin.

Pour les applications en électrotechnique, telles que les transformateurs de mesure ou d'alimentation, on utilise des noyaux magnétiques constitués d'un matériau magnétique choisi pour ses propriétés magnétiques telles que la perméabilité magnétique ou les pertes. Pour ces applications, la forme du cycle d'hystérésis n'est pas essentielle. En revanche, pour de nombreuses applications traitant des signaux électriques de faible amplitude, par exemple les disjoncteurs différentiels, les alimentations à découpage ou les transformateurs de raccordement aux réseaux téléphoniques numériques, la forme du cycle d'hystérésis revêt une importance capitale. La forme du cycle d'hystérésis est caractérisée, notamment, par le rapport  $Br/B_m$ , rapport de l'induction rémanente à l'induction maximale. Lorsque  $Br/B_m$  est supérieur à 0,9, environ, le cycle d'hystérésis est dit « rectangulaire ». Lorsque le rapport  $Br/B_m$  est inférieur à 0,5, environ, le cycle d'hystérésis est dit « couché ». Les matériaux à cycle d'hystérésis rectangulaire sont utilisés, par exemple, pour réaliser les noyaux magnétiques des amplificateurs magnétiques ou des étages de régulation des alimentations à découpage. Les matériaux à cycle d'hystérésis couché sont utilisés, notamment, pour réaliser les noyaux magnétiques de disjoncteurs différentiels, de filtres électriques ou de transformateurs de découplage galvanique.

Pour fabriquer des composants magnétiques en matériau magnétique doux ayant un cycle d'hystérésis de forme précise, rectangulaire ou couché, on utilise des alliages magnétiques doux à faibles anisotropies (coefficients d'anisotropie inférieurs à 5000 ergs/cm<sup>3</sup>, et, de préférence, inférieurs à 1000 ergs/cm<sup>3</sup>), tels que les alliages FeNiMo 15-80-5, les alliages base Co amorphes ou les alliages du type FeSiCuNbB nanocristallins, et on soumet les composants magnétiques à un recuit sous champ magnétique intense. Le recuit est effectué à une température inférieure au point de Curie de l'alliage. Le champ magnétique est longitudinal, c'est à dire parallèle à la direction dans laquelle on mesurera les propriétés magnétiques, lorsqu'on veut obtenir un cycle d'hystérésis rectangulaire. Il est transversal, c'est à dire perpendiculaire à la direction dans laquelle on mesurera les propriétés magnétiques, lorsqu'on veut obtenir un cycle d'hystérésis couché. Le champ magnétique est appliqué pendant toute la durée du traitement, et il est constant. La température et la durée de traitement sont les deux paramètres qui ont une incidence sur le résultat du traitement thermique. Ces traitements, lorsqu'ils sont de longue durée (de une à quelques heures), permettent d'obtenir avec une bonne fiabilité soit des cycles d'hystérésis très rectangulaires ( $Br/B_m > 0,9$ ), soit des cycles d'hystérésis très couchés ( $Br/B_m < 0,2$ ). Mais ils ne permettent pas d'obtenir avec une fiabilité suffisante des cycles d'hystérésis ayant une forme intermédiaire ( $0,3 < Br/B_m < 0,9$ ), très utiles pour certaines applications. En effet, pour obtenir de tels cycles d'hystérésis, il est nécessaire d'effectuer des recuits de faible durée, mais, alors, les résultats sont beaucoup trop aléatoires aussi bien en termes de rectangularité que de perméabilité pour pouvoir envisager une application industrielle. Il faut, en effet, pouvoir contrôler simultanément ces deux paramètres.

Le but de la présente invention est de remédier à cet inconvénient en donnant un moyen pour obtenir de façon reproductible des composants magnétiques en alliage magnétique doux ayant des cycles d'hystérésis intermédiaires entre les cycles d'hystérésis très rectangulaires et les cycles d'hystérésis très couchés, c'est à dire, caractérisés par un rapport  $Br/B_m$  compris entre 0,3 et 0,9.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de traitement thermique sous champ magnétique d'un composant magnétique en matériau magnétique doux tel que, par exemple, un alliage FeNiMo 15-80-5, un alliage base Co amorphe ou un alliage FeSiCuNbB nanocristallin, selon lequel on effectue un recuit du composant magnétique à une température inférieure au point de curie du matériau magnétique, et, pendant le recuit, on soumet le composant magnétique à un champ magnétique longitudinal ou transversal, alternatif ou continu, appliqué sous forme d'une succession de créneaux comportant chacun une première partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique atteint une valeur maximale, et une deuxième partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique a une valeur minimale. Cette valeur minimale est, de préférence, inférieure à 10% de la valeur maximale du champ correspondant au créneau le plus important au quel le composant magnétique est soumis.

Les intensités maximales des champs magnétiques de deux créneaux successifs peuvent être sensiblement égales ou sensiblement différentes. En particulier, pour tout couple de deux créneaux successifs, l'intensité maximale du champ magnétique du deuxième créneau peut être inférieure à l'intensité maximale du champ magnétique du premier créneau, de façon à obtenir une décroissance du champ magnétique maximal tout au long du traitement. L'intensité maximale du champ magnétique du dernier créneau effectué peut, alors, être inférieure à 25 % de l'intensité maximale du champ magnétique du premier créneau effectué.

De préférence, pour chaque créneau, l'intensité minimale du champ magnétique est nulle.

De préférence également, chaque créneau a une durée totale inférieure à 30 minutes, la durée de la période pendant laquelle le champ magnétique a une intensité maximale est inférieure à 15 minutes.

L'invention va maintenant être décrite plus en détails en regard de l'unique figure annexée qui représente l'évolution

en fonction du temps de la température et du champ magnétique appliqué au cours du traitement thermique d'un composant magnétique en alliage magnétique doux. L'invention va, également, être illustrée par des exemples.

Le Traitement thermique selon l'invention, qui s'applique à tout composant magnétique en alliage magnétique doux ayant des anisotropies très faibles, consiste en un recuit sous champ magnétique à une température inférieure au point de Curie de l'alliage magnétique doux, dans lequel le champ magnétique est appliqué de façon discontinue. Ce traitement thermique sous champ magnétique est effectué dans un four de traitement thermique sous champ magnétique unidirectionnel connu en lui-même. Lorsque, par exemple, le composant magnétique est un noyau magnétique torique constitué d'un ruban en alliage magnétique doux enroulé de façon à former un tore de section rectangulaire, le champ magnétique est engendré soit par un conducteur électrique parcouru par un courant électrique continu ou alternatif, sur lequel le tore est enfilé, soit par une bobine dont l'axe est parallèle à l'axe de révolution du tore, et qui entoure le tore. Dans le premier cas, le champ magnétique est longitudinal, c'est à dire, parallèle à l'axe longitudinal du ruban en alliage magnétique doux. Dans le second cas, le champ magnétique est transversal, c'est à dire, parallèle à la surface du ruban, mais, perpendiculaire à l'axe longitudinal de celui-ci.

La température de recuit doit, de préférence, être supérieure à 0,5 fois la température de Curie exprimée en degrés centigrades.

Le déroulement du traitement thermique, représenté à la figure 1, comporte :

- pour la température, un maintien à la température de traitement  $\theta$ , inférieure au point de Curie  $\theta_c$ , entre les instants  $t_0$  de début de traitement, et  $t_1$  de fin de traitement,
- pour le champ magnétique, une succession de créneaux  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  et  $C_4$ .

Chaque créneau comporte une première partie de durée  $\Delta t$  ( $\Delta t_1$  pour  $C_1$ ,  $\Delta t_2$  pour  $C_2$ , etc.) pendant laquelle l'intensité du champ magnétique a une valeur maximale  $H_{max}$  ( $H_{max_1}$  pour  $C_1$ ,  $H_{max_2}$  pour  $C_2$ , etc.), et une deuxième partie de durée  $\Delta t'$  ( $\Delta t'_1$  pour  $C_1$ ,  $\Delta t'_2$  pour  $C_2$ , etc.) pendant laquelle l'intensité du champ magnétique a une valeur minimale  $H_{min}$  ( $H_{min_1}$  pour  $C_1$ ,  $H_{min_2}$  pour  $C_2$ , etc.).

Lorsque le champ magnétique est continu,  $H_{max}$  représente l'intensité du champ magnétique. Lorsque le champ magnétique est alternatif,  $H_{max}$  représente l'intensité de crête du champ magnétique (intensité maximale atteinte à chaque alternance).

Les créneaux, tels qu'ils ont été représentés, sont rectangulaires. Mais les créneaux peuvent être, par exemple, du type trapézoïdal ou du type triangulaire, l'intensité du champ magnétique décroissant régulièrement au cours de la partie du créneau correspondant au champ magnétique intense.

Dans l'exemple représenté, les valeurs maximales du champ magnétique  $H_{max_1}$  et  $H_{max_2}$ , correspondant aux deux créneaux successifs  $C_1$  et  $C_2$ , sont égales. En revanche,  $H_{max_3}$  est plus faible que  $H_{max_2}$  et plus élevé que  $H_{max_4}$ . En fait, l'évolution des valeurs maximales successives du champ magnétique peut être choisie à volonté. En particulier, ces valeurs successives peuvent décroître tout au long du traitement, en partant d'une valeur permettant de saturer les tores en cours de traitement (cette valeur dépend non seulement de la nature du matériau constituant les tores, mais, également, des dimensions des tores) pour atteindre, en fin de traitement, une valeur inférieure à 25% de la valeur initiale.

Les valeurs minimales du champ magnétique  $H_{min}$ , sont, en général, sensiblement nulles, et, en tous cas, doivent rester inférieures à 10% de la valeur maximale atteinte par le champ magnétique au cours du traitement.

$\Delta t$  sont, en général, de l'ordre de 5 minutes, et, de préférence, doivent rester inférieures à 15 minutes. Elles ne sont pas nécessairement égales d'un créneau à l'autre. Les durées  $\Delta t'$  sont, en général, de l'ordre de 5 minutes, et, de préférence, doivent rester inférieures à 30 minutes.

Le nombre de créneaux peut être choisi à volonté en fonction du résultat à obtenir, et, également, en fonction de la durée totale du traitement qui, de préférence, est supérieure à 10 minutes et peut atteindre plusieurs heures. En tout état de cause, le nombre de créneaux doit être supérieur à 2.

Dans une variante, certains créneaux sont réalisés sous champ longitudinal, les autres étant réalisés sous champ transversal.

A titre d'exemple, avec un ruban en alliage  $Fe_{73,5}Si_{13,5}Nb_3Cu_1B_9$ , On a fabriqué des noyaux magnétiques en forme de tores de 26 mm de diamètre extérieur, 16 mm de diamètre intérieur et 10 mm d'épaisseur. Ces noyaux magnétiques ont d'abord été soumis à un traitement thermique par maintien à la température de 530°C pendant 1 heure afin de leur conférer une structure nanocristalline, puis soumis à différents recuits sous champ magnétique conformes à l'invention. Les différents traitements se différenciaient par la température de maintien, par la proportion du temps de maintien pendant lequel le champ magnétique était appliqué et par la direction du champ magnétique. Dans tous les cas, le temps de maintien en température était de 1 heure, le champ magnétique était appliqué sous forme de créneaux rectangulaires au cours des quels l'intensité maximale du champ magnétique était suffisant pour saturer les tores pendant quelques minutes. Les formes des cycles d'hystérésis obtenus, caractérisées par le rapport  $Br/B_m$ , étaient :

	Champ transverse		champ longitudinal	
température	25% du temps	95% du temps	25% du temps	95% du temps
250°C	0,55	0,35	0,65	0,75
300°C	0,40	0,25	0,70	0,80
350°C	0,25	0,15	0,80	0,85
400°C	0,15	0,05	0,85	0,95

Sur ce tableau, on voit, par exemple, que pour un traitement sous champ transverse appliqué pendant 25% du temps et une température de recuit de 250°C, le rapport Br/Bm était de 0,35. En fait, ces valeurs étaient obtenues à +/- 0,02 près. De plus, les perméabilités magnétiques maximales à 50Hz étaient systématiquement supérieures d'au moins 25 % aux perméabilités magnétiques maximales à 50Hz obtenues par des traitements thermiques sous champ magnétique continu, conformément à l'art antérieur.

Plus précisément, avec un recuit à 400°C sous champ transverse appliqué sous forme de créneaux, le champ intense étant appliqué pendant 25 % du temps de maintien en température, on a obtenu un rapport Br/Bm compris entre 0,08 et 0,12 et une perméabilité magnétique d'impédance à 50 Hz  $\mu_{\max}$  comprise entre 180 000 et 220 000.

A titre de comparaison, on a effectué des traitements thermiques sous champ conformes à l'art antérieur, c'est à dire, au cours des quels le champ magnétique est maintenu constant pendant tout le maintien en température. Ces traitements ont consisté en un recuit à 350 °C sous champ perpendiculaire. Ils ont conduit à des valeurs de Br/Bm comprises entre 0,12 et 0,31, soit une dispersion cinq fois plus importante que dans l'exemple précédent. La perméabilité  $\mu_{\max}$  étaient comprises entre 180 000 et 220 000.

## Revendications

- Procédé de traitement thermique sous champ magnétique d'un composant magnétique en matériau magnétique doux à faibles anisotropies tel que, par exemple, un alliage FeNiMo 15-80-5, un alliage base Co amorphe ou un alliage FeSiCuNbB nanocristallin, selon lequel on effectue un recuit du composant magnétique à une température inférieure au point de Curie du matériau magnétique, et, pendant le recuit, on soumet le composant magnétique à un champ magnétique longitudinal ou transversal, unidirectionnel, continu ou alternatif, caractérisé en ce que le champ magnétique est appliqué sous forme d'une succession de créneaux comportant chacun une première partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique atteint une valeur maximale, et une deuxième partie pendant laquelle l'intensité du champ magnétique a une valeur minimale.
- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, pour au moins deux créneaux successifs, les intensités maximales des champs magnétiques sont sensiblement égales.
- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que, pour au moins deux créneaux successifs, les intensités maximales des champs magnétiques sont sensiblement différentes.
- Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce que l'intensité maximale du champ magnétique du deuxième créneau est inférieure à l'intensité maximale du champ magnétique du premier créneau.
- Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que, pour tout couple de deux créneaux successifs, l'intensité maximale du champ magnétique du deuxième créneau est inférieure à l'intensité maximale du champ magnétique du premier créneau.
- Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'intensité maximale du champ magnétique du dernier créneau effectué est inférieure à 25 % de l'intensité maximale du champ magnétique du premier créneau effectué.

## EP 0 883 141 A1

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que, pour au moins un créneau, l'intensité minimale du champ magnétique est inférieure à 10% de l'intensité maximale atteinte par le champ magnétique au cours du traitement.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que au moins un créneau a une durée totale inférieure à 30 minutes.

10 9. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce que, pour l'au moins un créneau dont la durée totale est inférieure à 30 minutes, la durée de la partie pendant laquelle le champ magnétique a une intensité maximale est inférieure à 15 minutes.

15 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que la durée totale du traitement thermique est supérieure à 10 minutes.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

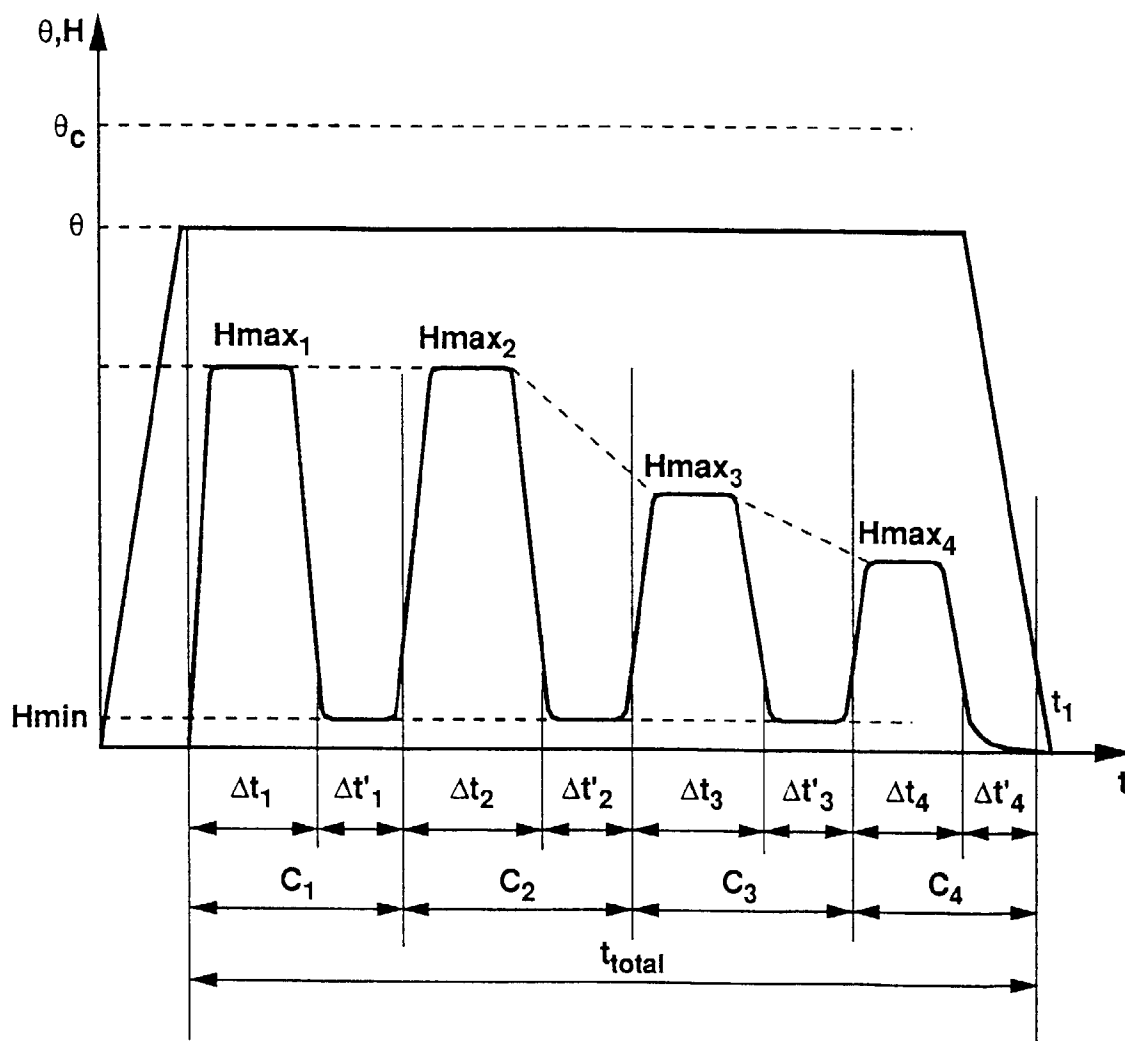


Fig. 1



Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 98 40 1043

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.6)
A	YOSHIZAWA Y ET AL: "EFFECTS OF MAGNETIC FIELD ANNEALING ON MAGNETIC PROPERTIES IN ULTRAFINE CRYSTALLINE FE-CU-NB-SI-B ALLOYS" IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, vol. 25, no. 5, 1 septembre 1989, pages 3324-3326, XP000069103 * le document en entier *	1	H01F1/14 H01F1/147 H01F1/153
A	US 4 950 337 A (LI JAMES C ET AL) 21 août 1990 * colonne 1, ligne 1 - ligne 24 * * colonne 2, ligne 60 - colonne 3, ligne 19; revendications 1,4 *	1	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 063 (C-568), 13 février 1989 & JP 63 255371 A (FUJI PHOTO FILM CO LTD), 21 octobre 1988, * abrégé *	1	
A	DE 28 16 173 A (VACUUMSCHMELZE GMBH) 18 octobre 1979 * revendications 1,7 *	1,10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) H01F
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 213 (C-505), 17 juin 1988 & JP 63 011654 A (MITSUBISHI ELECTRIC CORP), 19 janvier 1988, * abrégé *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 24 juillet 1998	Examineur Decanniere, L
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	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)