

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 921 540 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
09.06.1999 Bulletin 1999/23

(51) Int Cl.⁶: **H01F 41/02**, H01F 1/153,
H01H 83/14

(21) Numéro de dépôt: **98402803.5**

(22) Date de dépôt: **13.11.1998**

(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: **04.12.1997 FR 9715272**

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

(72) Inventeurs:
• **Couderchon, Georges**
58160 Savign-les-Bois (FR)

• **Verin, Philippe**
58160 Sauvigny-lès-Bois (FR)
• **Caquard, Christian**
58270 Billy Chevannes (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 fabrication d'un noyau magnétique en alliage magnétique doux nano-christallin et utilisation dans un disjoncteur différentiel**

(57) Procédé pour la fabrication d'un noyau magnétique en alliage magnétique doux nanocristallin dont la composition chimique comprend plus de 60 atomes % de fer, de 10 à 20 atomes % de silicium, de 0,1 à 2 atomes % de cuivre, de 5 à 20 atomes % de bore, de 0,1 à 10 atomes % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse, ainsi que des impuretés résultant de l'élaboration, la somme des teneurs en silicium et en bore étant inférieure à 30 atomes %, l'alliage nanocristallin étant obtenu par un traitement thermique de cristallisa-

tion de l'alliage à l'état amorphe, le noyau magnétique ayant une perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z à 50 Hertz, à 25 °C, supérieure à 350 000, cette perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z variant de moins de 25 % sur la plage de température comprise entre - 25 °C et + 100 °C caractérisé en ce que on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 150 °C et 400 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de crêpeaux. Utilisation du noyau pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel de la classe AC.

EP 0 921 540 A1

Description

[0001] La présente invention concerne un noyau magnétique en alliage magnétique doux nanocristallin utilisable, notamment, pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel de la classe AC.

[0002] Les disjoncteurs différentiels de la classe AC sont des disjoncteurs différentiels sensibles à des courants de défaut sinusoïdaux. Ils comportent notamment un noyau magnétique en alliage magnétique doux pour lequel on recherche à la fois une perméabilité magnétique μ élevée et une très bonne stabilité en température de cette perméabilité magnétique. A taille de noyau magnétique donnée, la sensibilité du disjoncteur différentiel est d'autant meilleure que la perméabilité magnétique est élevée ; cette perméabilité doit être stable dans la plage de température de fonctionnement du disjoncteur différentiel (en général de - 25 °C à + 100 °C) de façon à obtenir une bonne sûreté de fonctionnement.

[0003] Les noyaux magnétiques pour disjoncteurs différentiels de la classe AC sont fabriqués en alliage magnétique doux du type Fe-Ni 20-80, stabilisé par un recuit. Cette technique présente l'inconvénient de ne pas permettre d'obtenir de façon fiable des perméabilités magnétiques maximales d'impédance μ_z sensiblement supérieures à 300 000, ce qui limite les possibilités de réduction de la dimension des noyaux magnétiques, et donc, de la dimension des disjoncteurs différentiels.

[0004] Les alliages magnétiques doux nanocristallins du type comprenant plus de 60 atomes % de fer, du cuivre, du silicium, du bore et un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse ont l'avantage de permettre d'obtenir des perméabilités magnétiques maximales d'impédance μ_z supérieures à 300 000, ce qui permettrait de fabriquer des noyaux magnétiques pour disjoncteurs différentiels de la classe AC de dimension sensiblement réduite. Ces noyaux magnétiques sont obtenus en coulant l'alliage sous forme d'un ruban amorphe, qui est enroulé pour former un tore, puis soumis à un traitement thermique de cristallisation destiné à conférer à l'alliage une structure nanocristalline. Mais, les noyaux magnétiques de ce type ont une stabilité en température insuffisante : à 100 °C, la perméabilité magnétique est inférieure de plus de 40 % à la perméabilité magnétique à 25 °C ; ils ne peuvent donc pas être utilisés pour la fabrication de disjoncteurs différentiels miniaturisés.

[0005] Le but de la présente invention est de remédier à cet inconvénient en proposant un moyen pour fabriquer un noyau magnétique utilisable dans un disjoncteur différentiel de la classe AC de dimensions réduites.

[0006] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé pour la fabrication d'un noyau magnétique en alliage magnétique doux nanocristallin dont la composition chimique comprend plus de 60 atomes % de fer, de 10 à 20 atomes % de silicium, de 0,1 à 2 atomes % de cuivre, de 5 à 20 atomes % de bore, de 0,1 à 10 atomes % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse, ainsi que des impuretés résultant de l'élaboration; la somme des teneurs en silicium et en bore étant inférieure à 30 atomes %; l'alliage nanocristallin étant obtenu par un traitement thermique de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe; le noyau magnétique ayant une perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z à 50 Hertz, à 25 °C, supérieure à 350 000, cette perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z variant de moins de 25 % sur la plage de température comprise entre - 25 °C et + 100 °C. Selon ce procédé, on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 150 °C et 400 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de crêpeaux.

[0007] De préférence, le traitement thermique sous champ magnétique transverse est effectué à une température comprise entre 200 °C et 350 °C.

[0008] De préférence également, la composition chimique de l'alliage magnétique doux nanocristallin comprend de 10 à 17 atomes % de silicium, de 0,5 à 1,5 atomes % de cuivre, de 5 à 14 atomes % de bore et de 2 à 4 % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse.

[0009] Avant d'effectuer le traitement thermique de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe, on peut effectuer sur l'alliage à l'état amorphe un traitement thermique de relaxation à une température inférieure à la température de début de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe. Par exemple, le traitement thermique de relaxation peut consister en un maintien à une température comprise entre 250 °C et 480 °C pendant un temps compris entre 0,1 et 10 heures.

[0010] Le noyau magnétique obtenu par ce procédé peut, avantageusement, être utilisé pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel à propre courant de la classe AC.

[0011] L'invention va maintenant être décrite de façon plus précise, mais non limitative, et illustrée par des exemples.

[0012] Pour fabriquer un noyau magnétique en alliage magnétique doux nanocristallin, on coule l'alliage sous forme d'un ruban amorphe, puis on enroule un segment de ruban de longueur appropriée autour d'un mandrin de façon à former une bobine torique de section rectangulaire ou carrée. La bobine qui va constituer le noyau magnétique est alors soumise à un traitement thermique de cristallisation destiné à déstabiliser la structure amorphe et à provoquer la formation de cristaux dont la taille est inférieure à 100 nanomètres, voire inférieure à 20 nanomètres, et, ainsi, obtenir une structure appelée « nanocristalline ». Ce traitement est, ensuite, complété par un traitement thermique sous champ

magnétique transverse, c'est à dire, sous un champ magnétique parallèle à l'axe du noyau. L'alliage est du type décrit notamment dans les demandes de brevet européen EP 0 271 657 et EP 0 299 498. Il est constitué principalement de fer en une teneur supérieure à 60 atomes %, et contient en outre :

- de 0,1 à 2 at %, et de préférence, de 0,5 à 1,5 at % de cuivre ;
- de 10 à 20 at %, et de préférence, moins de 17 at % de silicium ;
- de 5 à 20 at %, et de préférence, moins de 14 at % de bore ;
- de 0,1 à 10 at % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse ; de préférence de 2 et 4 at % de niobium .

[0013] La somme des teneurs en silicium et en bore doit, de préférence, rester inférieure à 30 at % et, mieux encore, rester inférieure à 25 at %.

[0014] Le recuit de cristallisation consiste en un maintien à une température supérieure à la température de début de cristallisation et inférieure à la température de début d'apparition des phases secondaires qui détériorent les propriétés magnétiques. En général, la température de recuit de cristallisation est comprises entre 500 °C et 600 °C, mais elle peut être optimisée pour chaque ruban, par exemple, en déterminant par des essais la température qui conduit à la perméabilité magnétique maximale.

[0015] Le traitement thermique effectué sous champ magnétique est effectué à une température comprise entre 150 °C et 400 °C, et de préférence entre 200 °C et 300 °C. Pendant le maintien en température, le champ magnétique est appliqué sous forme d'une succession de crêneaux. Un crêneau correspond à une période pendant laquelle le champ magnétique appliqué est maximal, suivi d'une période pendant laquelle il est nul ou très faible (inférieur à 10 % du champ magnétique maximal atteint pendant le traitement). Le champ magnétique appliqué peut être continu ou alternatif, dans ce dernier cas, l'intensité du champ magnétique est l'intensité de crête (intensité maximale atteinte à chaque alternance). L'intensité du champ magnétique peut être constante pendant toute la période d'application du champ (crêneaux rectangulaires) ou variable. Tous les crêneaux peuvent être de même intensité ou au contraire d'intensité variable d'un crêneau à l'autre. Le traitement thermique peut se terminer à la fin de la période d'application du champ magnétique du dernier crêneau ; l'essentiel étant que le traitement comporte au moins deux périodes pendant lesquelles le champ magnétique est appliqué séparées par une période pendant laquelle le champ magnétique n'est pas appliqué. Les inventeurs ont, en effet, constaté qu'en procédant ainsi, la stabilité en température des propriétés magnétiques du noyau magnétique étaient très sensiblement améliorées.

[0016] Par ce procédé on obtient un noyau magnétique dont la perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z à 50 Hertz, pour un champ magnétique d'excitation alternatif de 8 mA/cm (valeur de crête), à 25 °C est supérieur à 350 000, voire 400 000, cette perméabilité magnétique variant de moins de 25 % entre - 25 °C et + 100 °C. Un tel noyau magnétique peut être utilisé dans un disjoncteur différentiel de la classe AC. Du fait de sa forte perméabilité magnétique, à sensibilité égale du disjoncteur, la section du noyau peut être sensiblement réduite par rapport à la section d'un noyau magnétique en alliage Fe-Ni selon l'art antérieur.

[0017] En complément des traitements thermiques qui viennent d'être décrit, on peut, avant le traitement thermique de cristallisation, effectuer sur le noyau un traitement thermique de relaxation à une température inférieure à la température de début de cristallisation de la bande amorphe, et, de préférence, comprise entre 250 °C et 480 °C. Ce recuit de relaxation a pour avantage de réduire encore la sensibilité des propriétés magnétiques des noyaux à la température, de réduire la dispersion des propriétés magnétiques de noyaux fabriqués en série et de réduire la sensibilité des propriétés magnétiques aux contraintes.

[0018] A titre d'exemple, à partir d'un ruban en alliage $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{B}_9\text{Cu}_1\text{Nb}_3$, (73,5 at % de fer, 13,5 at % de silicium, etc.), de 20 μm d'épaisseur et 10 mm de largeur obtenus par trempe directe sur une roue refroidie, on a fabriqué trois séries A, B, C de noyaux magnétiques qui ont été soumises toutes les trois à un traitement de cristallisation de 3 heures à 530 °C (sans traitement de relaxation). A titre de comparaison, la première série A de noyaux n'a pas été soumise à un traitement thermique sous champ magnétique transverse. Conformément à l'invention, les deux autres séries B et C ont été soumises à un traitement thermique sous champ magnétique transverse appliqué sous forme de crêneaux : 3 périodes de 5 mn sous champ magnétique séparées l'une de l'autre par des périodes de 15 mn sans champ magnétique. Pour l'une des séries, B, la température de traitement était de 200 °C, et pour l'autre, C, la température de traitement était de 300 °C. Sur les trois séries de noyaux magnétiques on a mesuré la perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z mesurée à 50 Hz dans un champ d'excitation maximale de 8 mA/cm (valeur de crête) à 25 °C, à - 25 °C, à + 80 °C et à + 100 °C, le rapport $\Delta\mu/\mu$ représentant les variations de μ_z par rapport à sa valeur à 25 °C. Les résultats ont été les suivants :

série	μ (25 °C; 8 mA/cm)	$\Delta\mu/\mu$ -25 °C (%)	$\Delta\mu/\mu$ +80 °C (%)	$\Delta\mu/\mu$ +100 °C (%)
A (comparaison)	700 000	- 20 %	- 30 %	- 45 %

(suite)

série	μ (25°C; 8 mA/cm)	$\Delta\mu/\mu$ -25 °C (%)	$\Delta\mu/\mu$ +80 °C (%)	$\Delta\mu/\mu$ +100 °C (%)
B	555 000	- 12 %	- 8 %	- 15 %
C	380 000	- 5 %	- 5 %	- 8 %

[0019] Ces exemples montrent bien que si la série A a une perméabilité magnétique excellente, sa stabilité en température est insuffisante. Par contre, les exemples B et C ont des perméabilités plus faibles, mais néanmoins très satisfaisantes, et présentent une bonne stabilité en température de la perméabilité magnétique.

Revendications

- Procédé pour la fabrication d'un noyau magnétique en alliage magnétique doux nanocristallin dont la composition chimique comprend plus de 60 atomes % de fer, de 10 à 20 atomes % de silicium, de 0,1 à 2 atomes % de cuivre, de 5 à 20 atomes % de bore, de 0,1 à 10 atomes % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse, ainsi que des impuretés résultant de l'élaboration, la somme des teneurs en silicium et en bore étant inférieure à 30 atomes %, l'alliage nanocristallin étant obtenu par un traitement thermique de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe, le noyau magnétique ayant une perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z à 50 Hertz, à 25 °C, supérieure à 350 000, cette perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z variant de moins de 25 % sur la plage de température comprise entre - 25 °C et + 100 °C caractérisé en ce que on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 150 °C et 400 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de créneaux.
- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le traitement thermique sous champ magnétique transverse est effectué à une température comprise entre 200 °C et 350 °C.
- Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2 caractérisé en ce que la composition chimique de l'alliage magnétique doux nanocristallin comprend de 10 à 17 atomes % de silicium, de 0,5 à 1,5 atomes % de cuivre, de 5 à 14 atomes % de bore et de 2 à 4 % d'au moins un élément pris parmi le titane, le niobium, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que, avant d'effectuer le traitement thermique de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe, on effectue sur l'alliage à l'état amorphe un traitement thermique de relaxation à une température inférieure à la température de début de cristallisation de l'alliage à l'état amorphe.
- Procédé selon la revendication 4 caractérisé en ce que le traitement thermique de relaxation consiste en un maintien à une température comprise entre 250 °C et 480 °C pendant un temps compris entre 0,1 et 10 heures.
- Utilisation d'un noyau magnétique obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel à propre courant de la classe AC.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 2803

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	EP 0 563 606 A (VACUUMSCHMELZE GMBH) 6 octobre 1993 * colonne 2, ligne 35 - colonne 3, ligne 8 * * colonne 7, ligne 32 - ligne 43 * * colonne 8, ligne 51 - ligne 58; revendications 1,3,7 * ---	1,3,6	H01F41/02 H01F1/153 H01H83/14
A	DE 40 19 636 A (LI JAMES C M ;CHINA STEEL CORP (TW)) 28 février 1991 * revendications 1,4 * ---	1	
A	WO 96 33505 A (SCHNEIDER ELECTRIC SA ;BONNIAU MICHEL (FR); PAUPERT MARC (FR)) 24 octobre 1996 * page 6, ligne 5 - ligne 35; revendications 1,3,4 * ---	1,6	
A	EP 0 392 204 A (VACUUMSCHMELZE GMBH) 17 octobre 1990 * colonne 2, ligne 7 - ligne 28 * * colonne 4, ligne 53 - colonne 5, ligne 3; revendications 1,3 * ---	1,6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) H01F H01H
D,A	EP 0 299 498 A (HITACHI METALS LTD) 18 janvier 1989 * page 6, ligne 31 - page 7, ligne 9; revendication 1; tableau 6 * ---	1,3,6	
D,A	EP 0 271 657 A (HITACHI METALS LTD) 22 juin 1988 -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 15 février 1999	Examinateur Decanniere, L
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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 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	

EPO FORM 1503 03 92 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 98 40 2803

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

15-02-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0563606 A	06-10-1993	DE 4210748 C	16-12-1993
		AT 168496 T	15-08-1998
		DE 59308759 D	20-08-1998
		ES 2118844 T	01-10-1998
DE 4019636 A	28-02-1991	JP 3046205 A	27-02-1991
		GB 2233828 A,B	16-01-1991
WO 9633505 A	24-10-1996	FR 2733376 A	25-10-1996
		CN 1185857 A	24-06-1998
		EP 0821830 A	04-02-1998
EP 0392204 A	17-10-1990	DE 3911480 A	11-10-1990
		AT 145089 T	15-11-1996
		DE 59010553 D	12-12-1996
		ES 2094125 T	16-01-1997
		JP 2563097 B	11-12-1996
		JP 3201412 A	03-09-1991
EP 0299498 A	18-01-1989	DE 3884491 D	04-11-1993
		DE 3884491 T	17-02-1994
		JP 2036462 C	28-03-1996
		JP 2077105 A	16-03-1990
		JP 7077167 B	16-08-1995
EP 0271657 A	22-06-1988	CA 1323219 A	19-10-1993
		DE 3779070 A	17-06-1992
		JP 2040464 C	28-03-1996
		JP 3219009 A	26-09-1991
		JP 7074419 B	09-08-1995
		US 4881989 A	21-11-1989
		US 5160379 A	03-11-1992
		JP 1079342 A	24-03-1989
		JP 1841284 C	25-04-1994
		JP 4004393 B	28-01-1992
		JP 6010104 A	18-01-1994
		JP 6041700 A	15-02-1994
		JP 6010105 A	18-01-1994
		JP 7011396 A	13-01-1995

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82