

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 935 008 A1**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
**11.08.1999 Bulletin 1999/32**

(51) Int Cl.<sup>6</sup>: **C22C 38/10, C22C 19/07,  
H01F 1/147**

(21) Numéro de dépôt: **99400112.1**

(22) Date de dépôt: **19.01.1999**

(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: **05.02.1998 FR 9801310**

(71) Demandeur: **IMPHY S.A.  
F-92800 Puteaux (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Coutu, Lucien  
58160 Sauvigny-les-Bois (FR)**

• **Chaput, Laurent  
58160 Sauvigny-les-Bois (FR)**

(74) Mandataire: **Neyret, Daniel Jean Marie  
USINOR  
Direction Propriété Industrielle  
Immeuble Pacific  
11, cours Valmy - TSA 10001  
La Défense 7  
92070 La Défense Cedex (FR)**

(54) **Alliage fer-cobalt**

(57) Alliage fer-cobalt caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :  $35 \% \leq \text{Co} \leq 55$

$\%$  ;  $0,5 \% \leq \text{V} \leq 2,5 \%$  ;  $0,02 \% \leq \text{Ta} + 2 \times \text{Nb} \leq 0,2 \%$  ;  
 $0,0007 \% \leq \text{B} \leq 0,007 \%$  ;  $\text{C} \leq 0,05 \%$  ; le reste étant du  
fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

**EP 0 935 008 A1**

## Description

[0001] La présente invention concerne un alliage fer-cobalt a caractéristiques mécaniques améliorées.

[0002] Les alliages fer-cobalt sont bien connus, et se caractérisent à la fois par des propriétés magnétiques très intéressantes et par une très grande fragilité à la température ordinaire, ce qui rend leur utilisation délicate. En particulier, l'alliage Fe50Co50, contenant 50 % en poids de fer et 50 % de cobalt, a une induction à saturation très élevée et une bonne perméabilité magnétique, mais il présente l'inconvénient de ne pas pouvoir être laminé à froid, ce qui le rend inutilisable pratiquement. Cette très grande fragilité résulte de la formation, en dessous de 730°C, environ, d'une phase  $\alpha'$  ordonnée, résultant d'une transformation désordre-ordre. Cette transformation désordre-ordre peut être ralentie par une addition de vanadium, ce qui permet de fabriquer un alliage du type fer-cobalt, contenant à peu près 50% de cobalt et à peu près 50% de fer, apte à être laminé à froid après une hypertrempe très énergique. On a, ainsi, proposé un alliage contenant environ 49 % de cobalt et 2 % de vanadium, le reste étant du fer et des impuretés. Cet alliage, qui a de très bonnes propriétés magnétiques après laminage à froid et recuit entre 720°C et 870 °C environ, présente cependant l'inconvénient de nécessiter des précautions particulières lors du réchauffage précédant l'hypertrempe, afin de limiter le grossissement du grain qui détériore la ductilité.

[0003] Pour faciliter le réchauffage avant hypertrempe, on a proposé, notamment dans le brevet US 3,634,072, d'ajouter de 0,02 % à 0,5 % de niobium et éventuellement de 0,07 % à 0,3 % de zirconium afin de limiter le risque de grossissement du grain au cours du réchauffage. L'alliage ainsi obtenu a des propriétés magnétiques et une ductilité comparables, mais pas meilleures, que l'alliage ne contenant que 2 % de vanadium. Le réchauffage avant hypertrempe est simplement plus facile à réaliser.

[0004] Par ailleurs, il a été constaté que le vanadium pouvait être remplacé par du niobium ou du tantale. C'est ainsi qu'il a été proposé dans le brevet US 4,933,026, un alliage contenant au moins un élément pris parmi le niobium et le tantale en des teneurs telles que leur somme soit comprise entre 0,15 % et 0,5 % (en poids). Cet alliage qui présente une ductilité comparable au précédent, à l'avantage de pouvoir être recuit à plus haute température ce qui permet d'obtenir des propriétés magnétiques meilleures. Mais il présente l'inconvénient d'avoir une résistivité électrique relativement faible, ce qui augmente les pertes par courants induits et limite ses possibilités d'emploi.

[0005] Enfin, tous ces alliages présentent des caractéristiques mécaniques de résistance à la traction insuffisantes pour certaines applications telles que les circuits magnétiques de machines tournantes à très grande vitesse de rotation. Il n'est, en effet, guère possible d'obtenir une limite d'élasticité supérieure à 480 MPa.

[0006] Afin d'améliorer ces caractéristiques mécaniques, il a été proposé, notamment dans la demande de brevet internationale WO 96/36059, un alliage contenant essentiellement (en poids) 48 % à 50 % de cobalt, 1,8 % à 2,2 % de vanadium, 0,15 % à 0,5 % de niobium et de 0,003 % à 0,02 % de carbone, le reste étant du fer et des impuretés. Dans cette demande de brevet il est précisé que le niobium peut être remplacé totalement ou partiellement par du tantale à raison de 1 atome de tantale pour 1 atome de niobium, ce qui, compte tenu des poids atomiques respectifs du tantale et du niobium, correspond à plus de 2 % en poids de tantale pour 1 % en poids de niobium. Dans cet alliage, le niobium (ou le tantale), forment le long des joints de grain des phases de Laves qui empêchent le grain de grossir, ce qui augmente significativement la limite d'élasticité sans toutefois améliorer sensiblement la ductilité. A titre d'exemple, après un recuit à 720 °C, la limite d'élasticité peut dépasser 600 MPa. Cependant, ces caractéristiques mécaniques ne peuvent être obtenues qu'avec des additions relativement importantes de niobium ou de tantale.

[0007] Les additions relativement importantes de niobium ou de tantale sont nécessaires pour obtenir une limite d'élasticité élevée tout en effectuant un recuit dans le haut de la plage de température de recristallisation, ce qui a l'avantage de conduire à une faible sensibilité du résultat obtenu à la température effective de recuit. En revanche, cette solution présente l'inconvénient de diminuer l'aptitude de l'alliage au laminage à chaud.

[0008] Le but de la présente invention est de proposer un alliage fer-cobalt ayant à la fois une ductilité satisfaisante, de bonnes propriétés magnétiques et des caractéristiques mécaniques améliorées, tout en ayant une bonne aptitude au laminage à chaud.

[0009] A cet effet, l'invention a pour objet un alliage fer-cobalt dont la composition chimique comprend, en poids :

- de 35 % à 55 %, et de préférence de 40 % à 50 % de cobalt,
- de 0,5 % à 2,5 %, et de préférence de 1,5 % à 2,2 % de vanadium,
- au moins un élément pris parmi le tantale et le niobium, en des teneurs telles que  $0,02 \% \leq Ta + 2 \times Nb \leq 0,2 \%$ , et de préférence telles que  $0,03 \% \leq Ta + Nb \leq 0,15 \%$ , et mieux encore,  $Nb \leq 0,03 \%$ ,
- de 0,0007 % à 0,007 %, et de préférence de 0,001 % à 0,003 %, de bore,
- moins de 0,05 %, et de préférence, moins de 0,007 % de carbone,

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

De préférence, les impuretés que sont le manganèse, le silicium, le chrome, le molybdène, le cuivre, le nickel et le soufre ont des teneurs telles que :  $Mn + Si \leq 0,2 \%$ ,  $Cr + Mo + Cu \leq 0,2 \%$ ,  $Ni \leq 0,2 \%$  et  $S \leq 0,005 \%$ .

**EP 0 935 008 A1**

**[0010]** Les inventeurs ont constaté de façon surprenante, que, lorsqu'on ajoute de 0,0007 % à 0,007 % en poids, ou mieux de 0,001 % à 0,003 %, de bore, à un alliage fer-cobalt contenant, par ailleurs, de 0,5 % à 2,5 %, ou mieux de 1,5 % à 2,2 %, de vanadium ainsi qu'une petite quantité d'éléments tels que le tantale et le niobium, on augmentait de façon très sensible la limite d'élasticité de l'alliage, tout en conservant des caractéristiques magnétiques satisfaisantes et en ayant une très bonne aptitude au laminage à chaud.

**[0011]** A titre d'exemple et de comparaison, on a élaboré les alliages A et B conformes à l'invention et l'alliage C conforme à l'art antérieur. Avec ces alliages, on a fabriqué par laminage à chaud aux environs de 1200 °C des bandes de 2 mm d'épaisseur qui ont été hypereffimées par refroidissement en moins de 1 seconde entre 800 °C et 100 °C. Les bandes ainsi obtenues ont été laminées à froid pour obtenir des bandes de 0,35 mm d'épaisseur. Ces bandes laminées à froid ont alors été recuites, conformément à l'état de l'art, à des températures comprises entre 700 °C et 900 °C de façon à leur conférer les propriétés d'emploi. On a alors mesuré les caractéristiques mécaniques et magnétiques obtenues. Les alliages A et B ont été laminés à chaud sans difficultés, c'est à dire sans apparition de criques d'angle.

**[0012]** Les compositions chimiques étaient les suivantes (le complément étant du fer):

	Co	V	Ta	Nb	B	C	Mn	Si	Cr	Ni	Cu	S	P
A	48,5	1,98	-	0,044	0,0022	0,011	0,102	0,06	0,04	0,11	0,01	0,004	0,005
B	48,1	1,9	0,17	-	0,0012	0,005	0,05	0,05	0,02	0,2	0,01	0,002	0,005
C	48,7	1,97	-	0,064	-	0,010	0,09	0,05	0,04	0,12	0,01	0,003	0,005

Les caractéristiques mécaniques obtenues après recuit à 725 °C, 760 °C et 850 °C étaient (Re<sub>0,2</sub> = limite d'élasticité ; HV = dureté Vickers) :

	Re <sub>0,2</sub> (MPa)			HV		
	725 °C	760 °C	850 °C	725 °C	760 °C	850 °C
A	530	470	390	260	250	230
B	675	475	330	315	263	222
C	480	420	310	250	240	220

**[0013]** Les caractéristiques magnétiques mesurées étaient :

- les valeurs de l'induction magnétique B (en tesla), pour des excitations magnétiques H en courant continu de 20 Oe = 1600 A/m, 50 Oe = 4000 A/m et 100 Oe = 8000 A/m ;
- le champ coercitif H<sub>c</sub> en A/m,
- les pertes ferromagnétiques (en W/kg) à 400 Hz pour une induction sinusoïdale de 2 tesla de valeur crête.

**[0014]** Ces valeurs étaient :

- après un recuit à 725 °C :

	B (20 Oe)	B (50 Oe)	B (100 Oe)	Hc	Pertes
A	2,04	2,18	2,25	296	131
B	2,00	2,15	2,25	488	158
C	2,01	2,21	2,26	184	94

- après un recuit à 760 °C :

	B (20 Oe)	B (50 Oe)	B (100 Oe)	Hc	Pertes
A	2,09	2,20	2,27	216	110
B	2,07	2,20	2,26	232	104
C	2,12	2,22	2,28	152	87

- après un recuit à 850 °C :

	B (20 Oe)	B (50 Oe)	B (100 Oe)	Hc	Pertes
A	2,14	2,23	2,28	120	86
B	2,12	2,23	2,30	88	74
C	2,11	2,21	2,26	96	75

[0015] Ces résultats montrent que, tout en ayant des propriétés magnétiques très voisines de celles de l'alliage C selon l'art antérieur, les alliages A et B conformes à l'invention ont des caractéristiques mécaniques nettement plus élevées, puisque la limite d'élasticité peut dépasser 500 MPa, ces caractéristiques sont comparables à celles qu'on obtient avec des alliages selon l'art antérieur ayant 0,3 % de niobium.

### Revendications

1. Alliage fer-cobalt caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :

$$35 \% \leq \text{Co} \leq 55 \%$$

$$0,5 \% \leq \text{V} \leq 2,5 \%$$

$$0,02 \% \leq \text{Ta} + 2 \times \text{Nb} < 0,2 \%$$

$$0,0007 \% \leq \text{B} \leq 0,007 \%$$

## EP 0 935 008 A1

$$C \leq 0,05 \%$$

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

5

2. Alliage fer-cobalt selon la revendication 1 caractérisé en ce que :

$$1,5 \% \leq V < 2,2 \%$$

10

3. Alliage fer-cobalt selon la revendication 1 ou la revendication 2 caractérisé en ce que :

$$0,03 \% \leq Ta + Nb \leq 0,15 \%$$

15

4. Alliage fer-cobalt selon la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que :

$$Nb \leq 0,03 \%$$

20

5. Alliage fer-cobalt selon la revendication 1, 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que :

$$0,001\% \leq B \leq 0,003\%$$

25

6. Alliage fer-cobalt selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que :

$$C \leq 0,007 \%$$

30

7. Alliage fer-cobalt selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que les impuretés résultant de l'élaboration ont des teneurs telles que :

35

$$Mn + Si \leq 0,2 \%$$

$$Cr + Mo + Cu \leq 0,2 \%$$

40

$$Ni \leq 0,2 \%$$

$$S \leq 0,005 \%$$

45

8. Alliage fer-cobalt selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que :

$$40 \% \leq Co \leq 50 \%$$

50

55



Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 0112

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,D	US 3 634 072 A (ACKERMANN ET AL.) 11 janvier 1972 * le document en entier * ---	1-8	C22C38/10 C22C19/07 H01F1/147
A	GB 2 207 927 A (TELCON METALS LTD.) 15 février 1989 * revendications 1-9 * & US 4 933 026 A (MAJORS ET AL.) ---	1-8	
A,D	US 5 501 747 A (MASTELLER ET AL.) 26 mars 1996 * revendications 1-3,6,14 * & WO 96 36059 A (CRS HOLDINGS INC.) ---	1-8	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 7 (C-673), 10 janvier 1989 & JP 01 255645 A (DAIDO STEEL CO.LTD.), 12 octobre 1989 * abrégé * ---	1	
A	US 3 891 475 A (TOMITA ET AL.) 24 juin 1975 * revendications 1-6 * ---	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
A	FR 2 423 550 A (TELCON METALS LIMITED) 16 novembre 1979 * revendications 1-20 * ---	1	C22C H01F
A	GB 1 523 881 A (TELCON METALS LIMITED) 6 septembre 1978 * le document en entier * -----	1-3,7	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		26 mai 1999	Lippens, M
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 99 40 0112

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.

26-05-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3634072 A	11-01-1972	CA 934990 A	09-10-1973
GB 2207927 A	15-02-1989	US 4933026 A	12-06-1990
US 5501747 A	26-03-1996	CA 2220568 A	14-11-1996
		EP 0824755 A	25-02-1998
		WO 9636059 A	14-11-1996
US 3891475 A	24-06-1975	JP 836281 C	30-11-1976
		JP 49002714 A	11-01-1974
		JP 51010806 B	07-04-1976
FR 2423550 A	16-11-1979	GB 1592419 A	08-07-1981
GB 1523881 A	06-09-1978	US 4116727 A	26-09-1978

EPO FORM P0460

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