



(11) **EP 1 647 996 B2**

(12) **NOUVEAU FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**
Après la procédure d'opposition

(45) Date de publication et mention de la
décision concernant l'opposition:
16.11.2016 Bulletin 2016/46

(51) Int Cl.:
H01B 1/02 (2006.01) **H01B 13/00 (2006.01)**
H01B 9/02 (2006.01)

(45) Mention de la délivrance du brevet:
26.03.2008 Bulletin 2008/13

(21) Numéro de dépôt: **05356180.9**

(22) Date de dépôt: **05.10.2005**

(54) **Cable toronne en aluminium cuivre, et procede pour sa fabrication**

Verkupfertes Aluminium Strangkabel und sein Herstellungsverfahren

Copper plated aluminum stranded cable and its fabrication method

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**

(30) Priorité: **12.10.2004 FR 0411024**

(43) Date de publication de la demande:
19.04.2006 Bulletin 2006/16

(73) Titulaire: **F.S.P. - One**
38230 Pont de Cheruy (FR)

(72) Inventeurs:
• **Michel, épouse Allaire Isabelle**
69680 Chassieu (FR)
• **Salvat, Louis**
38230 Tignieu Jamezyieu (FR)

(74) Mandataire: **Cabinet Poncet**
7, chemin de Tillier
B.P. 317
74008 Annecy Cedex (FR)

(56) Documents cités:
EP-B1- 0 656 071 DE-A1- 2 112 452
DE-A1- 19 633 615 FR-A- 2 083 323
US-A- 3 915 667 US-A- 3 915 667
US-A- 5 223 349

- 'Annual Book of ASTM Standards', vol. 6, 1980, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, PHILADELPHIA pages 665 - 669
- 'Annual Book of ASTM Standards', 1980, AMERICAN NATIONAL STANDARD pages 622 - 627
- W. MACHU, DR. TECHN. HABIL. DIPL.-ING.: 'Oberflächenvorbehandlung von Eisen- und Nichteisenmetallen', vol. 2, 1957, AKADEMISCHE VERLAGSGESELLSCHAFT GEEST & PORTIG K.-G., LEIPZIG pages 96 - 114
- W. EHLERS, DR. ET AL.: 'Kabel-Herstellung', 1956, SPRINGER-VERLAG, BERLIN - GÖTTINGEN - HEIDELBERG pages 175-181 216-217 231-233 - 317-319 373-375
- Airbus-Spezifikation ABS0957
- ASTM B559-93
- ASTM B355-06
- ASTM B566-04
- ASTM B8-04
- ASTM B229-04
- 'Nickel plating from sulfamate Solutions' METAL FINISHING JOURNAL Juin 1970, pages 169 - 176
- DIN 50965, Mai 2000

EP 1 647 996 B2

Description

[0001] La présente invention concerne la fabrication de conducteurs en aluminium ou en alliage d'aluminium cuivré et nickelé. Elle concerne plus spécialement la fabrication de câbles électriques comprenant au moins un conducteur à âme en aluminium ou en alliage d'aluminium recouverte d'une couche de cuivre elle-même recouverte d'une couche de nickel.

[0002] Dans la description et les revendications qui suivent, le mot "aluminium" désigne au sens large l'aluminium et ses alliages. Le mot "conducteur" désigne un corps électriquement conducteur de forme allongée, dont la longueur est grande par rapport à sa section transversale, et qui est généralement sous forme d'un fil.

[0003] Les conducteurs électriques à base d'aluminium sont largement utilisés dans le transport de l'énergie électrique. Des fils et câbles électriques à âme en aluminium peuvent comprendre un revêtement en matériau isolant, et des fils ou brins unitaires peuvent être assemblés pour former l'âme conductrice d'un câble.

[0004] Dans le transport et la distribution d'énergie électrique, des conducteurs en aluminium peuvent être utilisés à l'état brut, c'est-à-dire sans traitement particulier de la surface du conducteur. Toutefois, on a déjà prévu de revêtir le conducteur en aluminium d'une couche de nickel, de manière à améliorer les propriétés de contact électrique.

[0005] Des câbles électriques à torons de fils en aluminium revêtus de nickel ont déjà été utilisés par exemple dans les applications de l'aéronautique. On trouve plus de cent kilomètres de tels câbles dans certains avions de ligne actuels.

[0006] Par rapport à la solution traditionnelle de câbles à âme en cuivre, l'aluminium présente l'avantage d'une réduction du poids : pour la même résistance électrique, un conducteur en aluminium pèse environ la moitié du poids d'un conducteur en cuivre.

[0007] Malgré le gain de poids, les applications des conducteurs en aluminium dans l'industrie aéronautique sont toutefois restées minoritaires, notamment à cause d'une plus faible conductivité, d'une plus faible charge à la rupture, de moins bonnes performances de flexibilité, de la présence d'oxydes non conducteurs en surface du conducteur, et des difficultés d'industrialisation.

[0008] Ainsi, le document DE 196 33 615 A1 décrit l'utilisation d'un fil d'aluminium ayant un revêtement de cuivre sur lequel est appliquée une couche externe de nickel.

[0009] Le document FR 2 083 323 décrit un câble pour aéronef, ayant des fils d'aluminium à revêtement de cuivre lui-même recouvert d'une couche de nickel. Chaque conducteur est isolé par une ou plusieurs couches de matière plastique.

[0010] Les documents ci-dessus ne précisent pas l'épaisseur et la résistance de la couche de nickel, ni l'intérêt et les moyens pour garantir à la fois une conductivité suffisante, une charge à la rupture suffisante, et une

flexibilité suffisante pour une utilisation en conditions difficiles et atmosphère agressive.

[0011] Le document US 3,915,667 A enseigne de revêtir un conducteur en aluminium avec un revêtement interne d'étain ou de zinc, puis avec une couche à base de cuivre, puis avec un revêtement de nickel, puis enfin avec une couche externe d'étain ou d'argent. La couche intermédiaire de nickel a une épaisseur comprise entre environ 2,5 μm et 12,7 μm . Il n'est pas précisé l'intérêt d'une couche superficielle résistante de nickel, ni les moyens pour la réaliser.

[0012] Dans le domaine des câbles de petit diamètre, il y a un besoin d'améliorer le compromis entre la conductivité du câble, sa charge à la rupture, et sa flexibilité, de façon à satisfaire les conditions d'usage des câbles qui doivent être passés dans des gaines non linéaires et relativement longues, sans risque de détérioration ou de blocage. En outre, il y a un besoin de protection à long terme de tels câbles contre l'apparition d'oxydes non conducteurs en surface, dans des conditions d'usage sévères, par exemple des écarts de température importants et répétés, des atmosphères agressives. Egalement, il y a un besoin d'assurer une bonne connexion électrique des conducteurs sans détériorer leur structure par serrage mécanique.

[0013] Le but de l'invention est de proposer une nouvelle structure de câble multibrins pour conduction de courant électrique présentant à la fois une faible résistivité électrique, une bonne flexibilité, une charge à la rupture suffisamment grande, de bonnes propriétés de contact électrique, de bonnes propriétés anticorrosion pour un usage à long terme en conditions agressives, et de bonnes capacités pour absorber les serrages mécaniques de connexion électrique.

[0014] Un problème est en particulier de réaliser une couche superficielle protectrice de nickel qui présente une qualité satisfaisante, à la fois en étanchéité et en adhérence sur la couche inférieure du conducteur, mais qui ne perturbe pas sensiblement les autres propriétés du conducteur telles que la conductance électrique, la flexibilité, le poids, la charge à la rupture.

[0015] Une difficulté est de réaliser industriellement, à faible coût, la couche de nickel continue, adhérente et étanche. Pour cela, l'invention propose une procédure de fabrication selon la revendication 1.

[0016] Le test de continuité par bain de polysulfure est défini par la norme ASTM B298 établie par l'organisme American Society for Testing and Materials.

[0017] Le détail de ce test de continuité par bain de polysulfure est donné dans la description qui suit.

[0018] L'étape d) est particulièrement critique. Pendant cette étape, la température du bain d'électrolyse maintenue entre 55°C et 65°C environ, le pH du bain d'électrolyse maintenu entre 2,3 et 3,0 environ, la densité de courant comprise entre 10 et 16 Ampères par décimètre carré (A/dm^2), et la concentration de nickel maintenue inférieure à 140 grammes par litre environ dans le bain d'électrolyse, permettent de réaliser de manière plus

certain un conducteur qui satisfait le test de protection au bain de polysulfure à examen optique mentionné ci-dessus.

[0019] Ce procédé permet notamment d'éviter l'apparition d'oxydes aux interfaces entre les couches, notamment sous la couche de nickel, oxydes susceptibles ensuite de provoquer, pendant le tréfilage, des discontinuités dans la couche superficielle de nickel, et de réduire ainsi les propriétés protectrices et de contact de cette couche.

[0020] Lors de l'étape h) de recuit sous gaz neutre, le gaz neutre peut avantageusement être l'azote.

[0021] Et en complément, lors de l'étape h) de recuit sous gaz neutre, la température peut être d'environ 250°C pendant une durée d'au moins environ deux heures.

[0022] Pour optimiser le processus, pendant l'étape d), on peut prévoir que la température du bain d'électrolyse est d'environ 60°C, que le pH du bain d'électrolyse est d'environ 2,4, que la densité de courant est d'environ 15 à 16 Ampères par décimètre carré (A/dm²).

[0023] De préférence, le procédé peut comprendre une étape préalable a₀) de calibrage du fil d'ébauche en aluminium cuivré, en dimension et en dureté.

[0024] Après une telle étape de calibrage a₀), le fil d'ébauche en aluminium cuivré peut présenter par exemple une charge à la rupture inférieure ou égale à 20 décacNewtons par millimètre carré (daN/mm²) environ, et un allongement compris entre 2 et 3 % environ. De la sorte, on évite encore, pendant le tréfilage, l'apparition de lacunes ou discontinuités dans la couche superficielle de nickel.

[0025] Pendant l'étape c), le bain d'acide sulfamique peut avantageusement avoir une concentration d'environ 40 grammes par litre.

[0026] Le diamètre initial du fil d'ébauche en aluminium cuivré peut être compris entre 1,2 et 0,8 mm environ. Le dépôt de nickel s'effectue alors selon une épaisseur de 10 à 15 µm environ. Et le diamètre final du fil en aluminium cuivré et nickelé est compris entre 0,51 mm et 0,20 mm environ.

[0027] De préférence, l'étape b) de dégraissage du fil peut comprendre les étapes :

- b1) dégraisser le fil d'ébauche par ultrasons,
- b2) procéder à un dégraissage anodique du fil d'ébauche dans un bain contenant de la soude et des tensioactifs,
- b3) rincer le fil d'ébauche à l'eau déminéralisée.

[0028] Pour les fils de diamètre inférieur ou égal à 0,25 mm, on réalise de préférence l'étape g) de toronnage avant l'étape h) de recuit. Par contre, pour les fils de diamètre supérieur, on réalise de préférence l'étape h) de recuit avant l'étape g) de toronnage.

[0029] D'autres objets, caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description suivante de modes de réalisation particuliers, faite en rela-

tion avec les figures jointes, parmi lesquelles :

- la figure 1 est une vue en perspective en coupe transversale d'un fil à âme en aluminium, obtenu par un procédé conforme à la présente invention ;
- la figure 2 est une coupe transversale d'un toron à 19 fils de type concentrique vrai ;
- la figure 3 est une coupe transversale d'un toron à 19 fils de type concentrique unilay ;
- la figure 4 est une coupe transversale d'un toron à 7 fils ;
- la figure 5 est une vue en perspective en coupe transversale d'une ébauche de fil en aluminium cuivré, utilisée dans un procédé conforme à la présente invention ;
- la figure 6 est une vue schématique générale d'un dispositif pour la fabrication du fil de la figure 1 selon un mode de réalisation de l'invention ;
- la figure 7 est une vue schématique du poste de nikelage dans l'installation de la figure 6 ;
- la figure 8 illustre les deux étapes d'un processus de test permettant de contrôler la qualité du fil obtenu ;
- la figure 9 est une vue d'un fil de bonne qualité ayant subi le test ; et
- la figure 10 est une vue d'un fil de mauvaise qualité ayant subi le test.

[0030] On considère tout d'abord la figure 1, qui illustre la structure d'un fil 1 conducteur obtenu par un procédé conforme à la présente invention. On distingue une âme 2 en aluminium, recouverte d'une couche intermédiaire 3 en cuivre, elle-même recouverte d'une couche superficielle 4 en nickel.

[0031] L'aluminium constituant l'âme 2 peut être de l'aluminium pur ou un alliage d'aluminium. On pourra préférer un alliage à 99,5 % d'aluminium ayant au plus 0,10 % de silicium et au plus 0,40 % de fer.

[0032] Dans les applications pour l'industrie aéronautique ou l'industrie automobile, le fil peut avoir un diamètre total final D_F compris entre environ 0,51 mm et 0,20 mm. D'autres valeurs de diamètre pourront toutefois être utilisées, en fonction des caractéristiques recherchées.

[0033] Le cuivre de la couche intermédiaire 3 peut représenter avantageusement 15 % en volume du fil. Cela conduit à un fil ayant les caractéristiques suivantes : une densité à 20°C d'environ 3,60 kilogrammes par décimètre cube, une résistivité de 2,78 10⁻⁸ ohms par mètre, une conductivité de 60 % à 64% IACS, généralement de 62 % IACS, une charge à la rupture de 138 Newtons par millimètre carré et un allongement minimum de 6 %.

[0034] Pour réaliser à la fois une flexibilité satisfaisante, et une conductivité suffisante grâce à une grande section transversale, les fils ci-dessus sont assemblés en toron par les techniques habituelles de formation de câbles.

[0035] Par exemple, comme illustré sur la figure 2, on peut réaliser un toron 5 de 19 fils tels que le fil 1, selon une structure de toron concentrique, les couches étant

de sens alternés. Selon un autre exemple, sur la figure 3, on a réalisé un toron 6 de 19 fils tels que le fil 1, selon une structure de toron unilay, les couches étant de même sens.

[0036] Par contre, on évitera une structure de type toron unilay hexagonal, qui peut rendre plus difficile ou défectueuse la connexion électrique en bout de câble.

[0037] Des structures de section plus petite peuvent comprendre des torons 7 à sept brins, ayant un brin central 7a et six brins périphériques 7b-7g, comme illustré sur la figure 4. Le brin central 7a peut être en alliage de cuivre nickelé, tandis que les brins périphériques 7b-7g sont en aluminium cuivré et nickelé comme le fil 1 de la figure 1. On réalise ainsi des torons mixtes 7, dans lesquels on augmente par cette structure la charge à la rupture et on réduit simultanément la conductivité, au détriment du poids.

[0038] Dans le fil de la figure 1, l'épaisseur E de la couche superficielle 4 de nickel doit être supérieure à 1,3 μm , à défaut de quoi on constate que la couche superficielle 4 de nickel n'est pas suffisamment continue pour assurer une protection efficace de la couche intermédiaire 3 de cuivre. Il n'est pas avantageux de réaliser une couche de nickel dont l'épaisseur est supérieure à 3 μm environ, car cela affecte défavorablement les autres propriétés du conducteur telles que la conductance électrique, la flexibilité, la charge à la rupture, et cela réduit sensiblement la vitesse de fabrication du conducteur. De préférence, l'épaisseur E de la couche superficielle 4 de nickel sera comprise entre 2 μm et 3 μm environ, et un bon compromis est obtenu avec une couche superficielle 4 dont l'épaisseur E est égale à 2,3 μm environ.

[0039] En pratique, on constituera des câbles ayant des nombres de fils et de torons différents en fonction de la gamme.

[0040] Selon un premier exemple, un câble peut comprendre 7 torons de 10 ou 15 fils chacun, les fils ayant un diamètre unitaire de 0,51 mm environ.

[0041] Selon un second exemple, on constitue un câble comprenant sept torons de 19 fils chacun, les fils ayant un diamètre unitaire de 0,275 mm environ.

[0042] Selon un troisième exemple, on constitue un câble comprenant un toron de 61 fils de 0,32 mm de diamètre environ.

[0043] Selon un autre exemple, le câble comprend un toron de 37 fils de 0,32 ou 0,25 mm environ.

[0044] Selon un autre exemple, le câble comprend un toron de 19 fils de 0,30 ou 0,25 ou 0,20 mm environ, selon une structure des figures 2 ou 3.

[0045] Enfin, les câbles à plus faible section seront constitués d'un fil central 7a d'alliage de cuivre nickelé, entouré de six fils 7b-7g d'aluminium cuivré et nickelé de 0,25 ou 0,20 mm de diamètre.

[0046] Les torons pourront ensuite être recouverts d'une couche isolante en polyimide et d'une couche externe en polytétrafluoroéthylène.

[0047] Pour la réalisation d'un fil 1 tel qu'illustré sur la figure 1, on est parti d'un fil d'ébauche 8 en aluminium

cuivré de plus grand diamètre D_1 tel qu'illustré sur la figure 5, le diamètre D_1 de fil d'ébauche 8 étant compris entre 2 et 5 fois le diamètre final D_F désiré du fil, par exemple de 0,8 à 1,2 millimètres environ. Cela a permis un traitement rapide, industriellement économique.

[0048] On a traité le fil d'ébauche 8 par un procédé illustré sur les figures 6 et 7.

[0049] Le fil d'ébauche 8 était constitué d'une âme 8a en aluminium, recouverte d'une couche superficielle 8b en cuivre, le cuivre représentant 15 % en volume de l'ensemble.

[0050] On considère maintenant la figure 6, qui illustre schématiquement la structure générale d'un dispositif pour la fabrication d'un fil selon un procédé de l'invention.

[0051] Le fil d'ébauche 8 passe tout d'abord dans un dispositif à ultrasons 9, qui réalise un premier dégraissage. Le fil passe ensuite dans un bac de dégraissage anodique 10, qui réalise un dégraissage anodique dans un bain 11 pouvant par exemple contenir de la soude et des tensio actifs. De la sorte, on s'assure que la surface du fil est dépourvue d'oxydes. La présence de tels oxydes serait défavorable au tréfilage ultérieur.

[0052] Le fil passe ensuite dans un dispositif de rinçage 12, produisant un rinçage du fil à l'eau déminéralisée.

[0053] Le fil passe ensuite dans un bac 13 contenant un bain d'acide sulfamique 14. La concentration d'acide sulfamique peut avantageusement être d'environ 40 grammes par litre. On réalise ainsi un traitement de surface de la couche en cuivre, facilitant l'adhérence ultérieure du nickel.

[0054] Le fil passe ensuite dans un dispositif de dépôt électrolytique de nickel 15, qui réalise un dépôt approprié d'une couche superficielle de nickel. Le dispositif sera décrit plus en détail en relation avec la figure 7. Le fil passe ensuite dans un second dispositif de rinçage 16, qui rince le fil à l'eau déminéralisée.

[0055] Le fil passe ensuite dans un dispositif de tréfilage 17, dans lequel on réalise un tréfilage en huile entière jusqu'au diamètre final, c'est-à-dire dans la gamme de 0,51 - 0,20 mm de diamètre environ.

[0056] Généralement, le tréfilage s'effectue à une vitesse différente des traitements précédents. Il est donc nécessaire alors de prévoir une étape intermédiaire au cours de laquelle le fil est conditionné en bobine après l'étape de rinçage dans le dispositif de rinçage 16, et on enduit le fil d'un film d'huile entière qui le protège jusqu'à un traitement de tréfilage ultérieur.

[0057] En sortie du dispositif de tréfilage 17, le fil passe dans un four 18 associé à une source de gaz neutre 19 tel que l'azote, dans lequel le fil subit un recuit sous azote à 240°C environ pendant deux heures environ. On obtient ainsi un fil 1 en sortie, tel qu'illustré sur la figure 1.

[0058] Le résultat obtenu par ce procédé peut dépendre de la dimension et de la structure du fil d'ébauche 8. Pour s'affranchir des éventuelles dispersions de dimension et de structure, on peut avantageusement procéder à une étape préalable de calibrage du fil d'ébauche 8, pour lui donner une dimension et une dureté appropriées

et constantes. On pourra avantageusement préférer un fil d'ébauche ayant une charge à la rupture inférieure ou égale à 20 daN par mm² environ, et un allongement compris entre 2 et 3 % environ, avec une dimension constante choisie dans la gamme des diamètres compris entre trois fois et cinq fois le diamètre final désiré du fil.

[0059] On considère maintenant la figure 7, pour la description du dispositif 15 réalisant l'étape de dépôt de la couche de nickel par électrolyse.

[0060] Le dispositif comprend un bac interne 20 à débordement, contenant le bain d'électrolyse 21 qui se déverse, comme indiqué par la flèche 22, dans un bac externe 23 qui contient le bac interne 20. Le liquide recueilli dans le bac externe 23 est envoyé par des canalisations 24 dans une cuve de stockage 25, de laquelle le liquide est renvoyé dans le bac interne 20 par une pompe 26 et une canalisation 27. Une réserve de nickel métallique 28 est logée dans le bac interne 20, à l'intérieur du bain d'électrolyse 21. Le fil d'ébauche 8 est déplacé et guidé à travers le bac interne 20, en plusieurs passages, et ressort après dépôt d'une couche de nickel sur sa surface. La réserve de nickel 28 est connectée électriquement au pôle positif d'un générateur électrique 29 dont le pôle négatif est connecté au fil 8.

[0061] Le bain d'électrolyse 21 contient du sulfamate de nickel en solution aqueuse. De bons résultats nécessitent de contrôler en permanence la concentration du bain d'électrolyse 21. On prévoit pour cela de raccorder la cuve de stockage 25 à une alimentation en eau 30, à une canalisation de purge 31, à une source d'acide sulfamique 32. On contrôle le pH du bain d'électrolyse 21 par un capteur de pH 33 agissant sur un régulateur qui commande la manoeuvre des vannes correspondantes pour soutirer une quantité de liquide du bain d'électrolyse 21 par la canalisation de purge 31, pour ajouter de l'eau par l'alimentation en eau 30, et pour ajouter de l'acide sulfamique par la source d'acide sulfamique 32.

[0062] Dans les essais réalisés, le pH du bain d'électrolyse a été avantageusement maintenu entre 2,3 et 3,0 environ, de préférence voisin de 2,4.

[0063] On a également régulé la température du bain d'électrolyse 21, au moyen d'un capteur de température 34 et de moyens de chauffe 35, afin que le bain d'électrolyse soit par exemple à une température d'environ 60°C.

[0064] La concentration en sulfamate de nickel dans le bain d'électrolyse 21 a été maintenue à un niveau bas, par exemple inférieur à 140 grammes par litre de nickel. A défaut, la couche superficielle de nickel aurait été trop dure, et aurait mal supporté le tréfilage ultérieur.

[0065] Le générateur électrique 29 est adapté pour réguler la densité de courant d'électrolyse. Dans les essais réalisés, la densité de courant d'électrolyse a été avantageusement maintenue dans une fourchette de valeurs comprise entre 10 et 16 A/dm² ; de préférence comprise entre 15 et 16 A/dm².

[0066] A titre d'exemple, on donne ci-après des résultats de quelques essais qui ont été effectués avec des

conditions différentes de dépôt électrolytique, et on indique la qualité satisfaisante ou non du fil obtenu, j étant la densité de courant :

5

Echantillons	j	pH	Résultat
1	14	2,5	bon
2	14	2,95	acceptable
3	14	3,2	mauvais
4	14	3,55	mauvais
5	20	2,5	mauvais
6	22	2,5	mauvais
7	17	2,5	mauvais
8	11,2	2,5	acceptable
9	8,4	2,5	mauvais

10

15

20

[0067] Une difficulté a été de déterminer la qualité bonne, acceptable ou mauvaise du revêtement de nickel réalisé par le procédé.

[0068] On a utilisé avec succès un test au bain de polysulfure selon la norme ASTM B298, avec un examen optique spécifique, qui procure un résultat global de contrôle de la qualité du revêtement, en mettant en évidence les lacunes ou microfissures éventuelles du revêtement de nickel.

25

[0069] Comme illustré sur la figure 8, un échantillon de fil 1 est tout d'abord dégraissé par immersion dans un solvant organique approprié 36 tel que le benzène, le trichloréthylène ou un mélange d'éther et d'alcool, pendant au moins 3 minutes. Il est ensuite retiré et séché par essuyage à l'aide d'un tissu doux et propre. On doit tenir l'échantillon de fil 1 dans le tissu jusqu'à la suite du test, et l'on doit éviter de le toucher à la main.

30

35

[0070] On prépare une solution concentrée de polysulfure en dissolvant des cristaux de sulfure de sodium dans de l'eau déminéralisée jusqu'à saturation à environ 21 °C et en ajoutant suffisamment de fleur de soufre pour obtenir la saturation complète, que l'on peut contrôler par la présence d'un excès de soufre lorsque la solution a reposé pendant au moins 24 heures. On réalise la solution de test en diluant une portion de la solution concentrée avec de l'eau déminéralisée jusqu'à une densité spécifique de 1,142 à 15,6°C. La solution de test de polysulfure de sodium doit avoir une force suffisante pour noircir entièrement un tronçon de fil de cuivre en 5 secondes. La solution de test ne sera pas considérée comme épuisée tant qu'elle pourra noircir une pièce de cuivre.

40

45

50

55

[0071] On prépare simultanément une solution d'acide chlorhydrique, en diluant l'acide chlorhydrique commercial avec de l'eau distillée jusqu'à atteindre une densité de 1,088 mesurée à 15,6°C. Une portion de la solution d'acide chlorhydrique ayant un volume de 180 millilitres sera considérée comme épuisée si elle ne peut pas supprimer en 45 secondes la décoloration de l'argent due à

l'immersion dans le polysulfure.

[0072] Pour tester le fil, on immerge l'échantillon de fil 1 ayant une longueur d'au moins 114 mm pendant 30 secondes dans un bain de polysulfure 37 contenant la solution de polysulfure de sodium décrite ci-dessus main-

[0073] Ensuite on rince l'échantillon de fil 1 à l'eau déminéralisée 38, et on le sèche avec un tissu doux et propre.

[0074] On immerge immédiatement l'échantillon de fil 1 pendant 15 secondes dans une solution 39 d'acide chlorhydrique décrite ci-dessus, puis on le lave entièrement à l'eau déminéralisée 40 et on le sèche avec un tissu doux et propre.

[0075] Moins de deux heures après ce traitement, on examine l'échantillon de fil 1, par exemple à l'aide d'une loupe binoculaire 41 en grossissement x 10. On ne portera pas attention aux zones d'extrémité de l'échantillon de fil 1, c'est-à-dire les zones à moins de 12,7 mm de chaque extrémité.

[0076] Un échantillon de fil 1 prélevé sur un fil de bonne qualité, illustré sur la photographie de la figure 9, ne présente pas de marque visible d'attaque de la couche inférieure de cuivre par le bain de polysulfure. On estime qu'une marque d'attaque est visible lorsqu'elle présente une surface d'au moins 0,02 mm² en grossissement x 10 (correspondant à un spot de 0,01 mm de côté au grossissement 1).

[0077] Par contre, un échantillon de fil prélevé sur un fil défectueux, tel qu'illustré sur la photographie de la figure 10, présente des zones sombres 42 qui sont la preuve d'un défaut d'étanchéité de la couche superficielle de nickel, laissant se produire une attaque du cuivre sous-jacent par le bain de polysulfure. C'est de cette façon qu'ont été examinés les fils des échantillons du tableau ci-dessus.

[0078] Les conducteurs électriques obtenus par un procédé selon la présente invention pourront avantageusement être utilisés dans tous types d'applications requérant un bon compromis entre la conductivité, la charge à la rupture, la flexibilité, le poids, et la protection à long terme, notamment dans l'aéronautique, dans l'automobile, et de façon générale dans tous types de mobiles.

[0079] La présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation qui ont été explicitement décrits, mais elle en inclut les diverses variantes et généralisations contenues dans le domaine des revendications ci-après.

Revendications

1. Procédé pour réaliser un conducteur électrique de type câble aluminium, ledit conducteur comprenant au moins un toron à base de fils (1) conducteurs à âme (2) d'aluminium recouverte d'une couche intermédiaire (3) de cuivre elle-même recouverte d'une couche superficielle (4) de nickel, dans lequel conducteur :

- la couche superficielle (4) de nickel a une épaisseur (E) comprise entre 1,3 µm et 3 µm environ,

- la couche superficielle (4) de nickel présente une continuité suffisante pour résister à un test de continuité par bain de polysulfure (37) pendant au moins 30 secondes sans laisser apparaître de zones d'attaque (42) du cuivre visibles selon un grossissement x 10,

procédé dans lequel on prévoit une procédure de fabrication des fils d'aluminium cuivré et nickelé comportant les étapes suivantes :

- a) prévoir un fil d'ébauche (8) à âme en aluminium (8a) recouverte d'une couche de cuivre (8b) représentant 10 % à 20 % en volume, de diamètre (D_i) compris entre 2 fois et 5 fois le diamètre final (D_f) désiré du fil,
- b) dégraisser le fil d'ébauche (8),
- c) procéder à un mordantage du fil d'ébauche (8) à l'acide sulfamique (14),
- d) déposer sur le fil d'ébauche (8) une couche de nickel par électrolyse dans un bain d'électrolyse (21) au sulfamate de nickel aqueux, la température du bain d'électrolyse (21) étant maintenue entre 55°C et 65°C environ, le pH du bain d'électrolyse (21) étant maintenu entre 2,3 et 3,0 environ, la densité de courant (j) étant comprise entre 10 et 16 A/dm², la concentration de nickel étant maintenue inférieure à 140 grammes par litre environ dans le bain d'électrolyse (21),
- e) rincer le fil obtenu à l'eau déminéralisée,
- f) tréfiler le fil obtenu en huile entière jusqu'au diamètre final,
- g) toronner plusieurs fils ainsi obtenus en faisceaux de fils,
- h) procéder à un recuit sous gaz neutre.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que**, lors de l'étape h) de recuit sous gaz neutre, le gaz neutre est l'azote.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que**, lors de l'étape h) de recuit sous gaz neutre, la température est d'environ 250°C pendant une durée d'au moins environ deux heures.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que**, pendant l'étape d), la température du bain d'électrolyse (21) est d'environ 60°C, le pH du bain d'électrolyse (21) est d'environ 2,4, la densité de courant est d'environ 15 à 16 A/dm².

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'il** comprend une étape

préalable a_0) de calibrage du fil d'ébauche (8) en aluminium cuivré, en dimension et en dureté.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que**, après une étape éventuelle de calibrage a_0 , le fil d'ébauche (8) en aluminium cuivré présente une charge à la rupture inférieure ou égale à 20 daN/mm² environ et un allongement compris entre 2 et 3 % environ. 5
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que**, pendant l'étape c), le bain d'acide sulfamique a une concentration d'environ 40 grammes par litre. 10
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** le diamètre initial (D_i) du fil d'ébauche (8) en aluminium cuivré est compris entre 1,2 et 0,8 mm environ, le dépôt de nickel s'effectue selon une épaisseur de 10 à 15 μ m environ, le diamètre final du fil en aluminium cuivré et nickelé (1) est compris entre 0,51 mm et 0,20 mm environ. 15 20
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** l'étape b) de dégraissage du fil comprend : 25
 - b1) dégraisser le fil d'ébauche (8) par ultrasons,
 - b2) procéder à un dégraissage anodique du fil d'ébauche (8) dans un bain (11) contenant de la soude et des tensioactifs,
 - b3) rincer le fil d'ébauche (8) à l'eau déminéralisée. 30
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que**, pour les fils de diamètre inférieur ou égal à 0,25 mm, on réalise l'étape g) de toronnage avant l'étape h) de recuit, tandis que pour les fils de diamètre supérieur, on réalise l'étape h) de recuit avant l'étape g) de toronnage. 35 40

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Elektrischen Leiters des Typs Aluminiumkabel, wobei dieser Leiter aus mindestens einer Litze auf Basis von leitenden Drähten (1) mit einer Seele (2) aus Aluminium besteht, die mit einer Zwischenschicht (3) aus Kupfer beschichtet ist, die ihrerseits mit einer Beschichtung (4) aus Nickel beschichtet ist, wobei im besagten Leiter : 45
 - die Beschichtung (4) aus Nickel eine Dicke (E) zwischen ca. 1,3 μ m und 3 μ m hat,
 - die Beschichtung (4) aus Nickel eine Kontinuität hat, die ausreicht, einem Kontinuitätstest in einem Bad aus Polysulfid (37) für mindestens 55

30 Sekunden zu widerstehen, ohne Angriffszonen (42) von sichtbarem Kupfer bei einer Vergrößerung von x 10 erscheinen zu lassen,

Verfahren bei welchem man ein Herstellverfahren für einen verkupferten und vernickelten Aluminiumdraht vorsieht, das folgende Schritte enthält:

- a) Bereitstellen eines Rohdrahtes (8) mit einer Seele aus Aluminium (8a), die mit einer Schicht aus Kupfer (8b) beschichtet ist, die 10 Volumen% bis 20 Volumen% darstellt, mit einem Durchmesser (D_i), der zwischen dem zweifachen und dem fünffachen des endgültigen Durchmessers (D_F), der für den Draht gewünscht wird, liegt,
- b) Entfetten des Rohdrahtes (8),
- c) Behandeln mit einer Ätzung des Rohdrahtes (8) mit Sulfaminsäure (14),
- d) Abscheiden einer Schicht aus Nickel mittels Elektrolyse in einem Elektrolysenbad (21) aus wässrigem Nickelsulfamat auf den Rohdraht (8), die Temperatur des Elektrolysebades (21) zwischen ca. 55°C und 65°C gehalten bleibt, der pH-Wert des Elektrolysebades (21) zwischen ungefähr 2,3 und 3,0 gehalten bleibt, die Stromdichte (j) zwischen 10 und 16 A/dm² liegt, die Konzentration von Nickel unter ca. 140 Gramm pro Liter im Elektrolysebad (21) ist,
- e) Spülen des erhaltenen Drahtes mit demineralisiertem Wasser,
- f) Ziehen des erhaltenen Drahtes in reinem Öl bis zum endgültigen Durchmesser,
- g) Verseilen mehrerer so erhaltener Drähte zu Bündeln von Drähten,
- h) Unterziehen eines Glühens unter neutralem Gas. 50

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** während des Schrittes h) des Glühens unter neutralem Gas das neutrale Gas Stickstoff ist.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** während des Schrittes h) des Glühens unter neutralem Gas die Temperatur während einer Dauer von mindestens ungefähr zwei Stunden bei ungefähr 250°C liegt.
4. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** während des Schrittes d) die Temperatur des Elektrolysebades (21) bei ungefähr 60°C liegt, der pH-Wert des Elektrolysebades (21) bei ungefähr 2,4, die Stromdichte bei ungefähr 15 bis 16 A/dm² ist.
5. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** es einen vorherge-

henden Schritt a₀) des Kalibrierens des Rohdrahtes (8) aus verkupferten Aluminium hinsichtlich Abmessung und hinsichtlich Härte enthält.

6. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** nach einem eventuellen Schritt des Kalibrierens a₀) der Rohdraht (8) aus verkupferten Aluminium eine Bruchlast von unterhalb oder gleich etwa 20 daN/mm² hat und eine Längung von ungefähr zwischen 2 und 3 %. 5
7. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** während des Schrittes c) das Bad aus Sulfaminsäure eine Konzentration von ungefähr 40 Gramm pro Liter hat. 10
8. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Anfangsdurchmesser (D_i) des Rohdrahtes (8) aus verkupferten Aluminium zwischen ungefähr 1,2 und 0,8 mm liegt, die Abscheidung von Nickel sich gemäß einer Dicke von ungefähr 10 bis 15 µm bewirkt, der endgültige Durchmesser des Drahtes (1) aus verkupferten und vernickeltem Aluminium zwischen ungefähr 0,51 mm und 0,20 mm liegt. 20
9. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** der Schritt b) des Entfettens des Drahtes enthält: 25
 - b1) Entfetten des Rohdrahtes (8) mittels Ultraschall,
 - b2) Bearbeiten des Rohdrahtes (8) mittels einer anodischen Entfettung in einem Bad (11), das Natron und Tenside enthält, 30
 - b3) Spülen des Rohdrahtes (8) mit demineralisiertem Wasser. 35
10. Verfahren nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** bei Drähten mit einem Durchmesser von weniger oder gleich 0,25 mm man den Schritt g) des Verseilens vor dem Schritt h) des Glühens durchführt, während man bei Drähten mit größerem Durchmesser den Schritt h) des Glühens vor dem Schritt g) des Verseilens durchführt. 40

Claims

1. Method for producing an aluminum cable type electrical conductor, said conductor comprising at least one stranded conductor based on conductive wires (1) with an aluminum core (2) coated with an intermediate layer (3) of copper itself coated by a surface layer (4) of nickel, in which conductor : 50

- the surface layer (4) of nickel has a thickness

(E) from about 1,3 µm to about 3 µm,

- the surface layer (4) of nickel has sufficient continuity to resist a polysulfide bath (37) continuity test for at least 30 seconds without visible traces of attack (42) of the copper appearing at ×10 magnification,

method in which is provided a copper-plated and nickel-plated aluminum wire fabrication procedure including the following steps :

- a) providing a wire blank (8) with an aluminum core (8a) coated with a layer of copper (8b) representing 10% to 20% by volume, of diameter (D_i) from twice to five times the required final diameter (D_F) of the wire,
- b) degreasing the wire blank (8),
- c) etching the wire blank (8) using sulfamic acid (14),
- d) depositing on the wire blank (8) a layer of nickel by electrolysis in an electrolysis bath (21) containing aqueous nickel sulfamate, the temperature of the electrolysis bath (21) being maintained from about 55°C to about 65°C, the pH of the electrolysis bath (21) being maintained from about 2,3 to about 3,0, the current density (j) being from 10 A/dm² to 16 A/dm², the concentration of nickel being maintained at less than 140 grams per liter approximately in the electrolysis bath (21),
- e) rinsing the wire obtained with demineralized water,
- f) drawing the wire obtained in whole oil to the final diameter,
- g) stranding a plurality of the wires obtained in this way into bundles of wires,
- h) annealing in a neutral gas.

2. Method according to claim 1, **characterized in that**, in the neutral gas annealing step h), the neutral gas is nitrogen.
3. Method according to any of claim 1 or claim 2, **characterized in that**, in the neutral gas annealing step h), the temperature is maintained at about 250°C for at least about two hours.
4. Method according to any one of claims 1 to 3, **characterized in that**, in the step d), the temperature of the electrolysis bath (21) is about 60°C, the pH of the electrolysis bath (21) is about 2,4, and the current density is about 15 to 16 A/dm².
5. Method according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** it comprises a prior step a₀) of calibrating the copper-plated aluminum wire blank (8) in terms of dimensions and hardness. 55

6. Method according to any one of claims 1 to 5, **characterized in that**, after a calibration step a₀), when effected, the copper-plated aluminum wire blank (8) has a yield point less than or equal to about 20 daN/mm² and an elongation from about 2% to about 3%. 5
7. Method according to any one of claims 1 to 6, **characterized in that**, in the step c), the sulfamic acid bath has a concentration of about 40 grams per liter. 10
8. Method according to any one of claims 1 to 7, **characterized in that** the initial diameter (D_i) of the wire blank (8) of copper-plated aluminum is from about 1,2 mm to about 0,8 mm, the nickel is deposited to a thickness from about 10 μm to about 15 μm, and the final diameter of the copper-plated and nickel-plated aluminum wire (1) is from about 0,51 mm to about 0,20 mm. 15
20
9. Method according to any one of claims 1 to 8, **characterized in that** the step b) of degreasing the wire comprises : 25
- b1) degreasing the wire blank (8) by ultrasound, 25
- b2) anodically degreasing the wire blank (8) in a bath (11) containing soda and surfactants,
- b3) rinsing the wire blank (8) with demineralized water. 30
10. Method according to any one of claims 1 to 9, **characterized in that**, for wires of diameter less than or equal to 0,25 mm, the stranding step g) is carried out before the annealing step h), whereas for wires of greater diameter the annealing step h) is carried out before the stranding step g). 35
40
45
50
55

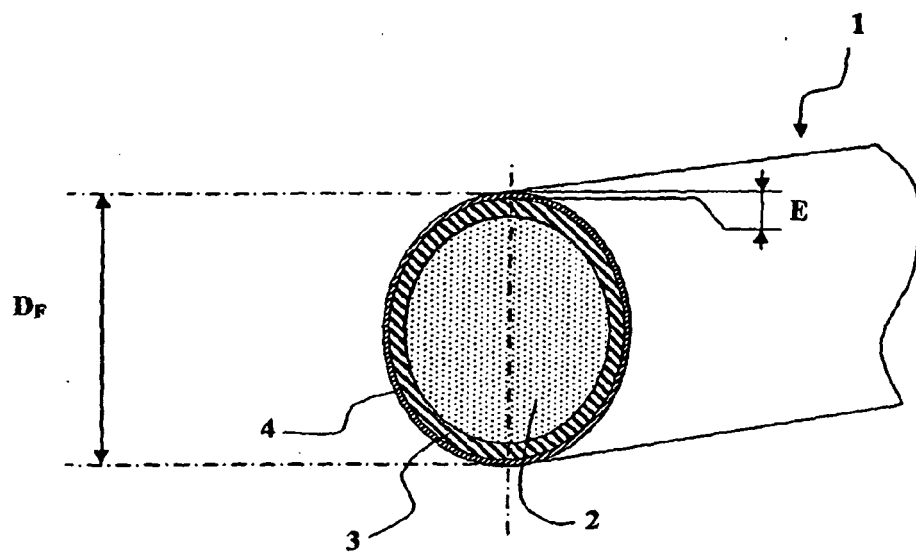


FIG. 1

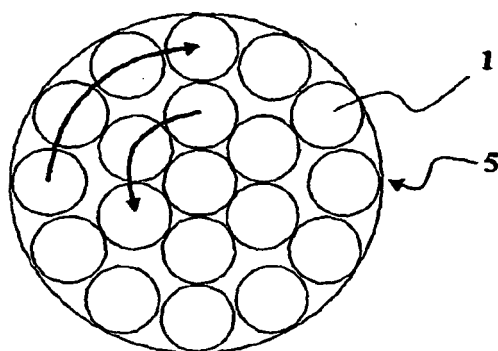


FIG. 2

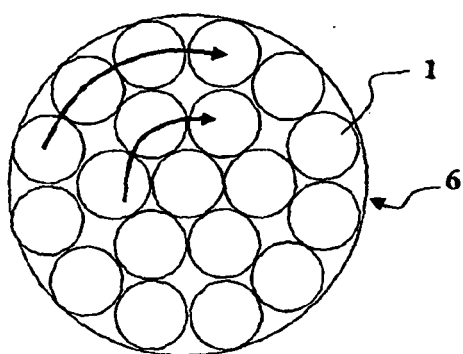


FIG. 3

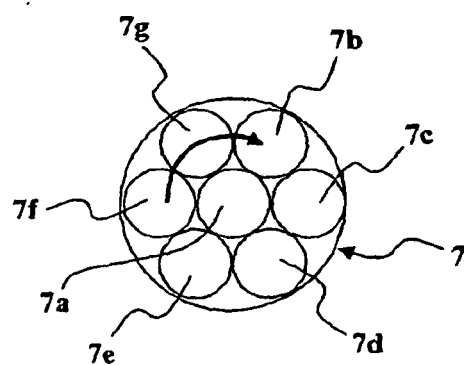


FIG. 4

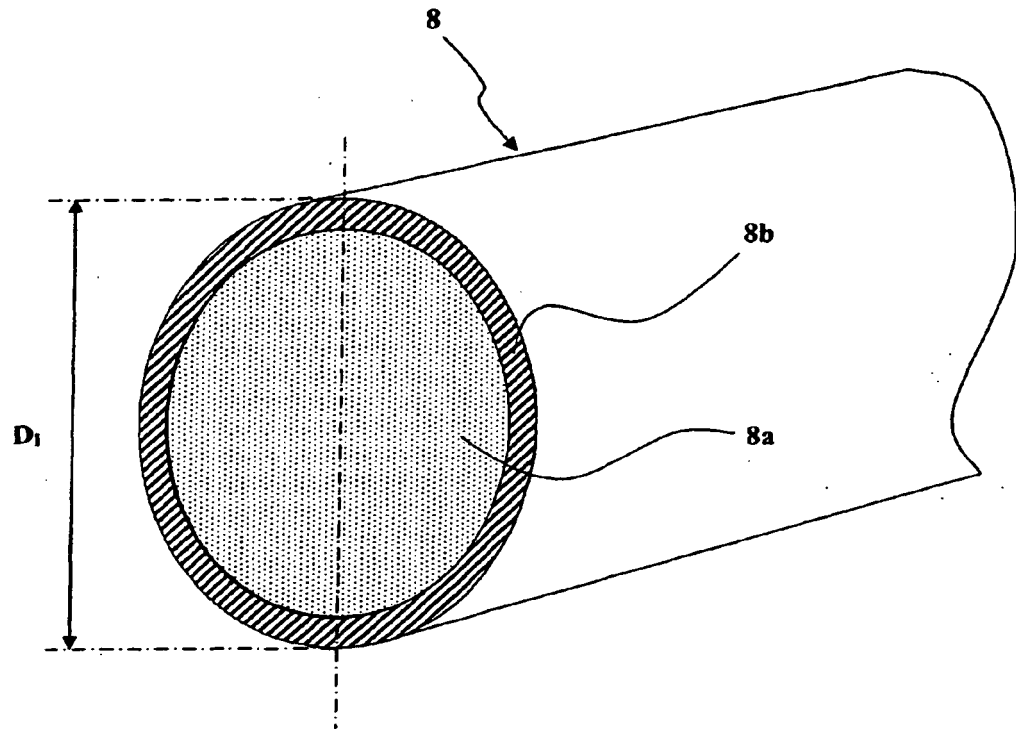


FIG. 5

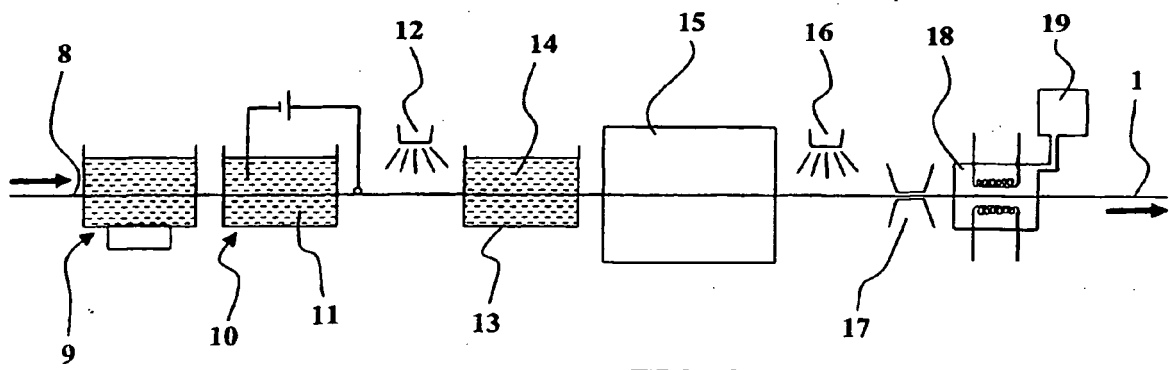


FIG. 6

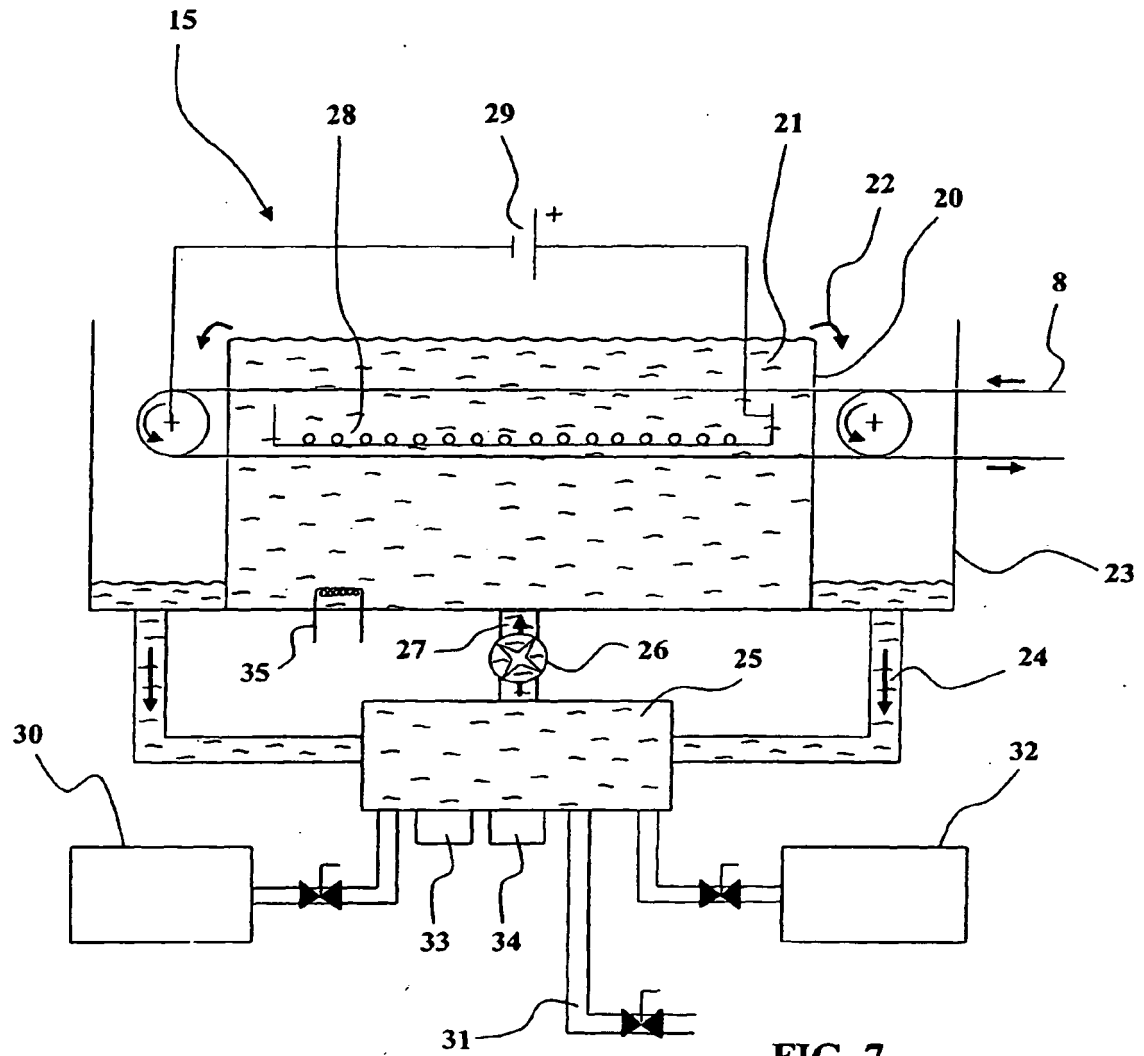


FIG. 7

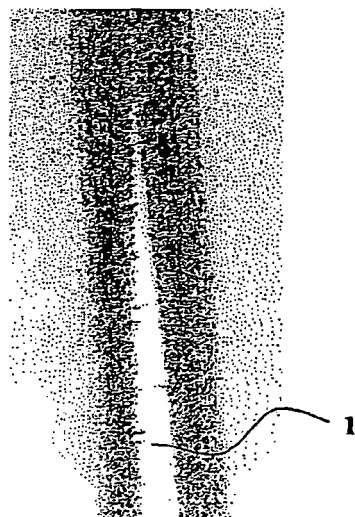
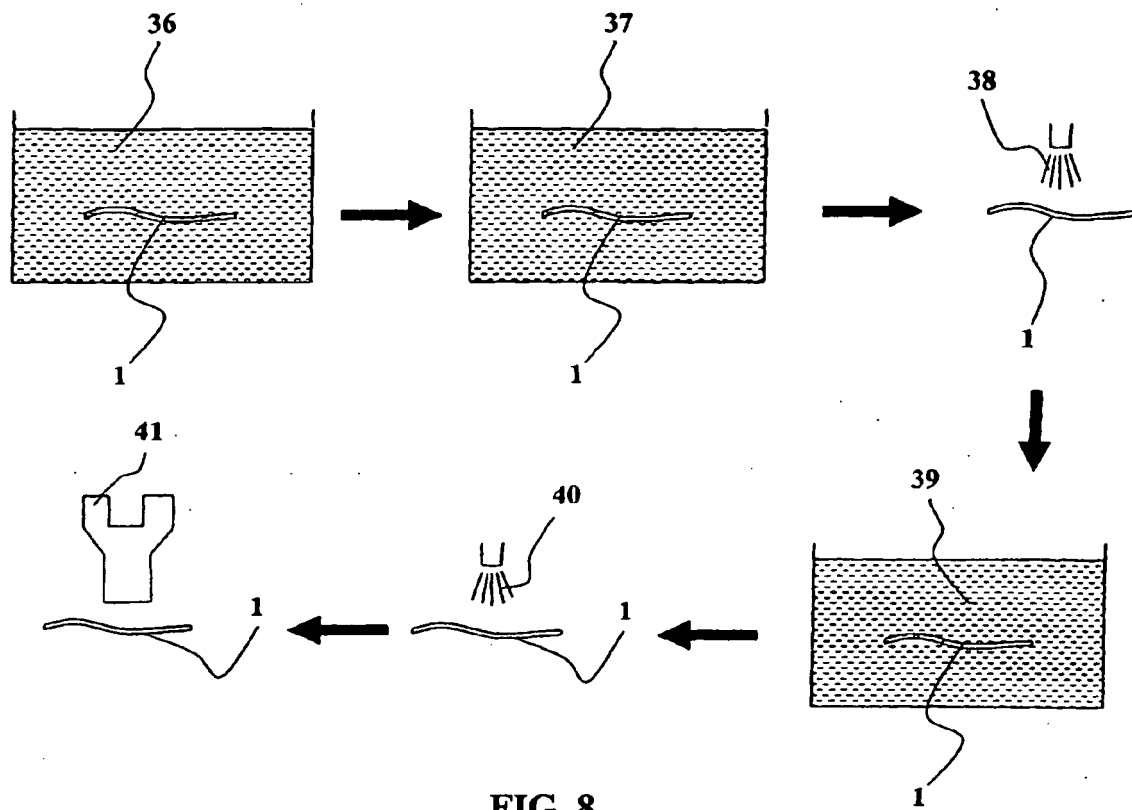


FIG. 9

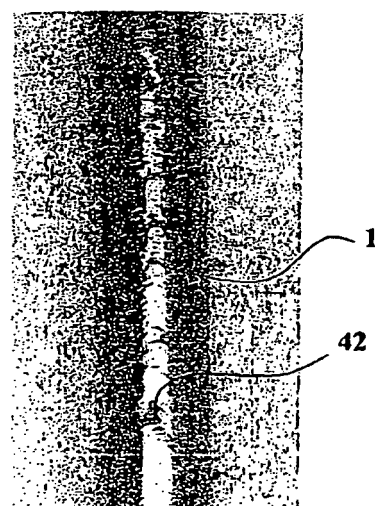


FIG. 10

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- DE 19633615 A1 [0008]
- FR 2083323 [0009]
- US 3915667 A [0011]