



(11) **EP 3 393 701 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:

**11.05.2022 Bulletin 2022/19**

(21) Numéro de dépôt: **16801424.9**

(22) Date de dépôt: **18.11.2016**

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):

|                             |                             |
|-----------------------------|-----------------------------|
| <b>B22F 3/16</b> (2006.01)  | <b>B22F 5/08</b> (2006.01)  |
| <b>C22C 9/02</b> (2006.01)  | <b>C22C 9/04</b> (2006.01)  |
| <b>C22C 19/00</b> (2006.01) | <b>C22C 19/03</b> (2006.01) |
| <b>G04B 1/14</b> (2006.01)  | <b>G04B 13/02</b> (2006.01) |
| <b>G04B 15/14</b> (2006.01) | <b>G04B 17/06</b> (2006.01) |
| <b>G04B 31/00</b> (2006.01) | <b>B22F 9/08</b> (2006.01)  |
| <b>C22C 1/04</b> (2006.01)  | <b>C22C 30/06</b> (2006.01) |
| <b>C22C 30/02</b> (2006.01) | <b>G04B 31/06</b> (2006.01) |

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):  
(C-Sets disponibles)

**B22F 3/16; B22F 5/08; C22C 1/0425; C22C 9/02;  
C22C 9/04; C22C 19/002; C22C 19/03;  
C22C 30/02; C22C 30/06; G04B 1/145;  
G04B 13/02; G04B 15/14; G04B 17/066;  
G04B 31/06; B22F 2009/0828;**

(Cont.)

(86) Numéro de dépôt international:

**PCT/EP2016/078201**

(87) Numéro de publication internationale:

**WO 2017/108293 (29.06.2017 Gazette 2017/26)**

(54) **MATÉRIAU OBTENU PAR COMPACTION ET DENSIFICATION DE POUDRES DE NICKEL, BRONZE ET LAITON ET SON PROCÉDÉ**

MATERIAL ERHALTEN DURCH KOMPAKTIERUNG UND VERDICHTUNG VON NICKEL-,BRONZE- UND MESSINGPULVERN UND VERFAHREN DAVON

MATERIAL OBTAINED BY COMPACTING AND DENSIFYING NICKEL, BRONZE AND BRASS POWDERS AND METHOD THEREOF

(84) Etats contractants désignés:

**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB  
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO  
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **21.12.2015 EP 15201640**

(43) Date de publication de la demande:

**31.10.2018 Bulletin 2018/44**

(73) Titulaire: **ETA SA Manufacture Horlogère Suisse  
2540 Grenchen (CH)**

(72) Inventeurs:

- **EICHENBERGER, Jean-Claude  
2740 Moutier (CH)**
- **TRAN, Hung Quoc  
2504 Bienne (CH)**

(74) Mandataire: **ICB SA**

**Faubourg de l'Hôpital, 3  
2001 Neuchâtel (CH)**

(56) Documents cités:

|                          |                          |
|--------------------------|--------------------------|
| <b>WO-A1-02/38315</b>    | <b>WO-A1-2010/080064</b> |
| <b>CN-A- 104 959 609</b> | <b>US-A- 4 147 568</b>   |

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

**EP 3 393 701 B1**

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):  
(Cont.)  
B22F 2301/10; B22F 2301/15; B22F 2301/30;  
B22F 2303/15; B22F 2304/10; B22F 2998/10;  
B22F 2999/00

C-Sets

B22F 2998/10;  
B22F 2999/00

**Description**

## OBJET DE L'INVENTION

5 **[0001]** La présente invention se rapporte à un matériau et à son procédé de fabrication par métallurgie des poudres. Un domaine d'application visé avec ce nouveau matériau est celui de la mécanique et, plus précisément, de la micro-mécanique. Il est encore plus spécifiquement adapté pour des composants ayant des géométries complexes avec des tolérances sévères, comme dans l'horlogerie par exemple.

## 10 ARRIÈRE-PLAN TECHNOLOGIQUE ET ÉTAT DE LA TECHNIQUE

**[0002]** Les matériaux obtenus par métallurgie des poudres ont une importance technologique considérable et sont utilisés dans un large panel de domaines allant du nucléaire au biomédical.

15 **[0003]** A titre d'exemple, on peut citer les documents US 5,294,269 et US 2004/0231459 divulguant respectivement un procédé de frittage d'alliages à base de tungstène et d'un cermet. Sans entrer dans les détails, les interactions entre particules de poudres (diffusion en surface et en volume) lors du frittage modifient drastiquement la microstructure et la distribution des poudres initialement mélangées. Il en résulte un produit avec des propriétés propres à cette nouvelle microstructure. CN1 04959609A et WO02/38315A1 divulguent des procédés de métallurgie de poudre utilisant des poudres à base de nickel, bronze et étain. US4147 568A divulgue des alliages à base de bronze, nickel et laiton utilisés

20 pour la fabrication d'éléments mécaniques de montre.

## RÉSUMÉ DE L'INVENTION

25 **[0004]** La présente invention propose de sélectionner la composition des poudres de départ en fonction des propriétés recherchées sur le produit final et d'adapter les paramètres du procédé pour limiter les interactions entre les poudres et ainsi obtenir les propriétés attendues sur base du choix initial des poudres.

**[0005]** A cette fin, un matériau, une pièce comportant ce matériau, une utilisation de ce matériau et un procédé de fabrication de ce matériau selon les revendications annexés sont proposés.

## 30 BRÈVE DESCRIPTION DES FIGURES

**[0006]** Les caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée ci-dessous faisant référence aux figures suivantes.

35 **[0007]** La figure 1 représente la microstructure d'un matériau triphasique obtenu avec le procédé selon l'invention. La densification a été opérée à une température proche de 500°C sur un mélange compacté de nickel, laiton et bronze. La figure 2 représente cette même microstructure après traitement d'images pour faire apparaître les différentes phases. Les figures 3 et 4 représentent la microstructure d'un même matériau triphasique lorsque la densification est opérée à une température proche de 700°C.

40 **[0008]** Les figures 5 et 6 représentent, à titre comparatif, les microstructures de matériaux de l'art antérieur obtenus par métallurgie des poudres. A la figure 5, il s'agit d'un solide fritté bi-phasé (US 5,294,269). Le blanc représente la phase lourde constituée principalement de tungstène. La phase noire est la phase liante métallique composée essentiellement d'un alliage nickel, fer, cuivre, cobalt et molybdène. A la figure 6, il s'agit d'un cermet fritté (US 2004/0231459). Binder est la phase liante composée d'un acier inoxydable 347SS. La phase céramique est composée de TiC (carbure de titane). La dernière phase est constituée de précipités  $M_7C_3$  où M contient le chrome, le fer et le titane.

45

## DESCRIPTION DÉTAILLÉE DE L'INVENTION

50 **[0009]** La présente invention se rapporte à un procédé de fabrication d'un matériau par métallurgie des poudres et au matériau issu du procédé tels que définis par les revendications indépendantes. Le procédé est adapté pour que la microstructure du matériau soit parfaitement homogène au travers de son volume et pour qu'elle soit une image la plus fidèle possible de la microstructure des poudres mélangées et de leur distribution initiale dans le mélange. Le matériau issu du procédé peut être un produit fini ou un demi-produit nécessitant une étape ultérieure d'usinage.

**[0010]** Le matériau est un matériau métallique obtenu à partir d'un procédé comportant trois étapes.

55 **[0011]** La première étape consiste à sélectionner plusieurs poudres métalliques et à les doser lorsque plusieurs poudres sont en présence. Le nombre de poudres de départ, leurs compositions et leurs pourcentages respectifs dépendent des propriétés physico-mécaniques désirées sur le produit consolidé. Préférentiellement, les poudres sont minimum au nombre de deux afin de combiner les propriétés propres à différentes compositions. Chaque poudre est formée de particules ayant une granulométrie choisie pour garantir la qualité du matériau. Bien que dépendant des

propriétés visées, leur diamètre moyen dso est préférentiellement choisi dans une gamme comprise entre 1 et 100  $\mu\text{m}$ .

**[0012]** Les poudres métalliques sont constitués de trois poudres : une poudre de nickel, une poudre de bronze et une poudre de laiton. La proportion de poudre de bronze est comprise entre 2 et 20% en poids, la proportion de poudre de nickel est comprise entre 3 et 40% en poids, la proportion de poudre de laiton étant la proportion restante (= 100% - la somme des % de poudres de nickel et de bronze). Pour le bronze et le laiton, les pourcentages Cu, Sn et Cu, Zn peuvent être respectivement également modulés. Par exemple, pour le laiton, la teneur en Cu et Zn peut être respectivement de 60 et 40% et pour le bronze, la teneur en Cu et Sn peut être respectivement de 90 et 10%.

**[0013]** Dans une deuxième étape, les différentes poudres sont mélangées. Le mélange s'effectue dans un mélangeur standard du commerce à sec. Le paramétrage du mélangeur et la durée du mélange sont choisis de manière à ce qu'à la fin de cette étape, le mélange soit parfaitement homogène. Généralement, le temps de mélange est supérieur à 12h pour garantir cette homogénéité et inférieur à 24h. Il est à noter qu'en présence d'une seule poudre de départ, l'étape de mélange est optionnelle.

**[0014]** Dans une troisième étape, le mélange homogène est mis en forme, c.à.d. compacté et densifié à une température inférieure à la température de fusion des poudres respectives. La compaction et densification à chaud s'effectuent à l'aide d'une technologie de compaction par impact comme décrite dans la demande WO 2014/199090. Ainsi, les poudres mélangées sont placées dans une empreinte réalisée dans une matrice et un compactage du mélange est réalisé au moyen d'un poinçon. Ensuite, le mélange compacté est densifié à chaud en soumettant le poinçon à des impacts. Contrairement au procédé décrit dans la demande WO 2014/199090, l'étape de refroidissement sous pression peut être omise.

**[0015]** Les paramètres du procédé sont choisis pour obtenir un corps consolidé avec une densité relative supérieure ou égale 95% et mieux supérieure ou égale à 98%, tout en limitant les interactions entre les différentes poudres. L'objectif est de réaliser une microsoudure entre particules pour consolider la matière sans altérer notablement la microstructure des différentes poudres en présence. Plus précisément, les paramètres de consolidation sont choisis pour limiter le degré de frittage à une formation de liaison de surface et non à une formation de liaison de volume comme observé lors d'un frittage à proprement dit. Microstructurellement, cette liaison intergranulaire se traduit par la formation de ponts entre particules. Limiter les interactions entre particules permet de maintenir une répartition des poudres au sein du matériau consolidé proche de celle observée après mélange des poudres. La compaction et densification par impacts du mélange de poudres permet ainsi de souder les grains des poudres entre eux tout en préservant une microstructure avec des interfaces à haute énergie entre les différentes phases constitutives. En d'autres mots, le matériau issu du procédé a pour caractéristiques que les éléments constitutifs des différentes poudres ne se mélangent pas et que la morphologie des particules de base est conservée après compaction et densification. De même, en présence d'une seule poudre de départ, la morphologie des grains du matériau obtenu est une image de la morphologie des particules de la poudre initiale, ce qui est avantageux pour garantir des propriétés mécaniques sur base du choix initial de la morphologie de la poudre.

**[0016]** Pour obtenir cette microstructure particulière, le mélange de poudres se trouve à une température inférieure à la température de fusion de la poudre de plus bas point de fusion lors de la densification à chaud. Le mélange est porté à cette température pendant un temps compris entre 3 et 30 minutes et, préférentiellement, entre 5 et 20 minutes. Il peut être porté à cette température avant introduction dans la presse ou dans la presse. Le temps indiqué ci-dessus inclut le temps de chauffage pour arriver à la température donnée et le maintien à cette température. Lors de la densification, le mélange est soumis à un nombre d'impacts compris entre 1 et 50 avec un niveau d'énergie compris entre 500 et 2000J, ce niveau étant préférentiellement supérieur de 10 à 30% au niveau d'énergie requis lors de la compaction. Le produit ainsi obtenu a une densité relative supérieure ou égale à 95% et, de préférence, à 98%, mesurée de manière conventionnelle par pesée d'Archimède. Après cette étape de densification, une coupe métallurgique révèle une microstructure bien spécifique due au procédé de mise en forme du matériau. Le matériau comporte un nombre de phases correspondant au nombre de poudres initial avec une répartition des phases sensiblement la même que celle des poudres au sein du mélange de départ. Une autre caractéristique bien spécifique de cette microstructure est que l'énergie de surface des phases ainsi consolidée est conservée à des niveaux élevés. La morphologie native des particules de poudres reste presque totalement conservée avec une interface entre phases de forme irrégulière, qu'on peut également qualifier de non sphérique. Les phases consolidées conservent ainsi une surface spécifique élevée.

**[0017]** A titre d'exemple, les figures 1 et 2 révèlent la microstructure obtenue partant d'un mélange de trois poudres : nickel, bronze, laiton tel que présenté au tableau 1. Le mélange a été compacté et densifié à une température proche de 500°C. La microstructure présente trois phases distinctes respectivement constituées majoritairement de nickel, de bronze et de laiton. L'homogénéité de la microstructure obtenue est celle obtenue après l'étape de mélange des trois sortes de poudre. Le produit ainsi obtenu a une densité relative supérieure à 95%. Partant d'un même mélange mais avec une température de densification proche de 700°C, on observe aux figures 3 et 4 cette même homogénéité de microstructure avec trois phases distinctes. Cependant, une interdiffusion entre les deux couples nickel-bronze et bronze-laiton est observée, la phase riche en nickel étant entourée par la phase riche en bronze. Cette interdiffusion permet d'augmenter la densité relative à une valeur supérieure ou égale à 98%.

## EP 3 393 701 B1

**[0018]** Par comparaison avec les matériaux obtenus par métallurgie des poudres dans les documents US 5,294,269 et US 2004/0231459 (figures 5 et 6 respectivement), on observe une nette différence au niveau des interfaces séparant les différentes phases. Dans ces documents, les interfaces sont lisses et, plus précisément, de forme essentiellement sphériques contrairement au matériau selon l'invention présentant des interfaces irrégulières, c.à.d. des interfaces à haute énergie, entre les phases.

**[0019]** Un exemple détaillé ci-dessous illustre le procédé selon l'invention.

**[0020]** Dans la première étape, les poudres ont été sélectionnées pour réaliser un matériau présentant un ensemble de propriétés :

- mise en forme facile du demi-produit par un procédé d'usinage par enlèvement de copeaux avec absence de bavure,
- stabilité dimensionnelle, pour éviter une déformation du matériau après l'opération d'usinage ;
- soudable, notamment par laser.

**[0021]** Pour répondre à ces critères, trois poudres métalliques reprises dans les tableaux 1 et 2 ci-dessous ont été sélectionnées à l'étape 1) du procédé. La fonction de chaque poudre est détaillée au tableau 1. Les compositions et pourcentages des différentes poudres sont détaillés au tableau 2.

Tableau 1

| Poudres choisies                                                                                                          | Fonction et/ou caractéristique                                                                        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Poudre métallique en nickel (Ni) pur                                                                                      | Offrant au matériau consolidé et densifié un bon comportement au soudage, notamment soudage par laser |
| Poudre métallique en alliage de laiton, avec une composition chimique nominale de 60% de cuivre (Cu) et 40% de zinc (Zn). | Offrant une bonne usinabilité                                                                         |
| Poudre métallique en alliage de bronze, avec une composition chimique nominale de 90% de cuivre (Cu) et 10% d'étain (Sn). | Offrant un meilleur comportement à la consolidation et la densification                               |

Tableau 2

| Type de poudre                                                                                                                                                           | Teneur en poudre (en poids) | Granulométrie (μm)<br>(données fournisseur) | Composition chimique nominale du matériau (en poids) |     |     |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----|-----|----|
|                                                                                                                                                                          |                             |                                             | Ni                                                   | Cu  | Zn  | Sn |
| Poudre Nickel (100% Ni)*                                                                                                                                                 | 25%                         | Fisher size :<br>1.8-2.8                    | 25%                                                  |     |     |    |
| Poudre laiton (60% Cu, 40% Zn)**                                                                                                                                         | 65%                         | d10 : 2<br>d50 : 6<br>d90 : 20              |                                                      | 48% | 26% | 1% |
| Poudre bronze (90% Cu, 10% Sn)***                                                                                                                                        | 10%                         | d10 : 6<br>d50 : 11<br>d90 : 20             |                                                      |     |     |    |
| * Poudre Ni2800A de Eurotungstene<br>** Poudre SF-BS6040 10μm de Nippon Atomized Metal Powders Corp.<br>*** Poudre SF-BR9010 10μm de Nippon Atomized Metal Powders Corp. |                             |                                             |                                                      |     |     |    |

**[0022]** Dans la seconde étape, les poudres ont été mélangées dans un mélangeur du commerce de type Turbula T10B. La vitesse de mélange est une vitesse moyenne de l'ordre de 200 tours par minute pendant 24 heures.

**[0023]** Dans la troisième étape, la mise en forme a été réalisée à l'aide d'une presse à haute vitesse et à haute énergie du fabriquant Hydopulsor. La mise en forme a été exécutée en deux phases :

Compaction à froid :

**[0024]** Le dosage des poudres dans l'empreinte se fait de manière volumétrique avec une hauteur de remplissage donnée. Dans l'exemple, cette hauteur de remplissage est de 6 mm pour arriver à une épaisseur compactée d'environ 2 mm. Ce paramètre - hauteur de remplissage - peut varier entre 2 mm et 50 mm en fonction de l'épaisseur finale désirée sur le solide compacté. La quantité de poudres ainsi dosée est compactée entre le poinçon du dessus et le poinçon du dessous, entourée d'une matrice pour former une rondelle d'un diamètre donné. Cette compaction est faite dans l'exemple avec 25 impacts. L'objectif de cette étape est d'obtenir un solide suffisamment dense pour la densification ultérieure à chaud. Cette compaction sert aussi à ce que le solide ainsi compacté soit suffisamment solide pour les opérations de manipulation lors de la densification à chaud. La densité relative obtenue à cette étape est supérieure à 90 %.

La densification à chaud

**[0025]** La rondelle compactée est portée à une température proche de 700°C dans un four préchauffé à cette température. La rondelle compactée est placée dans le four pendant au moins 5 minutes et, de préférence, 15 minutes. La rondelle ainsi chauffée est transportée et mise dans l'empreinte de diamètre légèrement plus grand que le diamètre de la rondelle. La durée du transport de la rondelle préchauffée du four à la presse, mise dans la matrice, est comprise entre 2 et 5 secondes. La rondelle préchauffée est ensuite densifiée à chaud entre le poinçon du dessus et le poinçon du dessous avec 25 impacts. En l'absence de moyens de chauffage, une diminution de la température est observée pendant la densification par impact. L'épaisseur finale dans l'exemple de la rondelle densifiée est d'environ 1.8 mm. La densité relative de la rondelle est supérieure à 98%. La microstructure est semblable à celle obtenue à la figure 3.

**[0026]** Grâce à la compaction et densification à chaud comme décrit ci-dessus, le solide obtenu est un matériau multiphasé comprenant des phases ayant des fonctions différentes. De plus, le solide ainsi obtenu présente une microstructure homogène dans tout son volume. De ce fait, il y a absence de gradient de contraintes internes à travers du solide. Ceci offre une stabilité géométrique à la pièce usinée.

**[0027]** Chaque phase du solide obtenu et, en amont, chaque poudre, est choisie pour remplir une fonction bien précise. Une des phases peut être choisie pour améliorer la soudabilité, par exemple, par laser. Cette fonction est remplie par la phase composée principalement de nickel dans l'exemple. Une autre phase peut être choisie pour faciliter la densification à chaud sans frittage à proprement dit. Dans l'exemple, une des phases du solide est constituée essentiellement de bronze qui a l'intervalle de fusion le plus faible des trois constituants. La troisième phase qui est, toujours à titre d'exemple, la phase majoritaire, est composée de la poudre de laiton consolidée. Cette phase ainsi mélangée aux deux autres permet de garantir une meilleure aptitude à l'usinage par enlèvement de copeaux.

**[0028]** En présence d'une seule poudre de départ, le procédé selon l'invention présente également des avantages. On observe ainsi que la morphologie des grains au sein du matériau est une image de la morphologie des particules de la poudre de départ. La taille de grain jouant un rôle important dans les propriétés mécaniques du matériau, il est particulièrement avantageux de pouvoir prédire les propriétés finales sur base du choix de la morphologie de la poudre de départ.

**[0029]** Grâce au procédé selon l'invention, la morphologie de la ou des poudres de base est conservée tout en obtenant un produit à haute densité relative contrairement au procédé connu de frittage où la consolidation à des valeurs de densité relative supérieures ou égales à 95, voire 98% s'accompagne d'une modification drastique de la morphologie.

**Revendications**

1. Matériau métallique compacté et densifié constitué de trois phases formées d'un agglomérat de grains, la cohésion du matériau étant assurée par des ponts formés entre grains, ledit matériau ayant une densité relative supérieure ou égale à 95% mesurée par pesée d'Archimède, dans lequel les phases sont séparées par des interfaces de forme irrégulière et dans lequel les trois phases comprennent une première phase étant composée de nickel, une seconde phase étant composée de bronze et une troisième phase étant composée de laiton, et dans lequel la fraction massique de la première phase est comprise entre 3 et 40%, la fraction massique de la seconde phase est comprise entre 2 et 20% et la fraction massique de la troisième phase correspond au pourcentage restant pour faire 100%.
2. Pièce comportant le matériau selon la revendication 1
3. Pièce selon la revendication 2 étant un composant horloger.
4. Utilisation du matériau selon la revendication 1 dans le domaine de la micromécanique.

5. - Procédé de fabrication d'un matériau par métallurgie des poudres comprenant les étapes suivantes :

- mise à disposition de trois types de poudres métalliques présentant des grains présentant une forme aléatoire non régulière,
- compaction des trois types de poudres métalliques pour former un ensemble compacté dans lequel les grains sont liés entre eux par enchevêtrement de leurs creux et pics respectifs et forme un produit intermédiaire sous la forme d'un agglomérat formé exclusivement des grains de poudres métalliques,
- densification par impact de l'agglomérat à une température inférieure à la température de fusion de la poudre ayant la plus faible température de fusion, l'ensemble étant préalablement ou pendant la densification porté à ladite température pendant un temps compris entre 3 et 30 minutes et, de préférence, entre 5 et 20 minutes,
- les trois types de poudres comprenant une première poudre étant composée de nickel, une seconde poudre étant composée de bronze et une troisième poudre étant composée de laiton, et dans lequel la fraction massique de la première phase est comprise entre 3 et 40%, la fraction massique de la seconde phase est comprise entre 2 et 20% et la fraction massique de la troisième phase correspond au pourcentage restant pour faire 100%.

6. Procédé selon la revendication 5, comprenant une étape de mélange des poudres avant compaction.

7. Procédé selon l'une des revendications 5 à 6, dans lequel la teneur en Cu et en Zn de la poudre de laiton dans la troisième phase est respectivement de 60 et 40% et dans lequel la teneur en Cu et Sn dans la poudre de bronze dans la deuxième phase est respectivement de 90 et 10%.

8. Procédé selon l'une des revendications 5 à 7, dans lequel la densification par impact s'effectue à une température supérieure ou égale à 500°C.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, dans lequel la compaction est réalisée à froid.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 9, dans lequel le nombre d'impacts lors de la densification est compris entre 1 et 50 avec une énergie comprise entre 500 et 2000J.

**Patentansprüche**

1. Kompaktiertes und verdichtetes Metallmaterial, bestehend aus drei Phasen, gebildet aus einem Kornaggregat, wobei der Zusammenhalt des Materials durch zwischen Körnern gebildeten Brücken gesichert ist, wobei das Material eine relative Dichte von über oder gleich 95 % hat, gemessen durch Auftrieb, wobei die Phasen durch unregelmäßig geformte Schnittstellen getrennt sind und wobei die drei Phasen eine erste Phase umfassen, die aus Nicken zusammengesetzt ist, wobei eine zweite Phase durch Bronze zusammengesetzt ist und eine dritte Phase aus Messing zusammengesetzt ist und wobei der Massenanteil der ersten Phase zwischen 3 und 40 % liegt, der Massenanteil der zweiten Phase zwischen 2 und 20 % liegt und der Massenanteil der dritten Phase dem verbleibenden Prozentsatz bis 100 % entspricht.

2. Teil, aufweisend das Material nach Anspruch 1.

3. Teil nach Anspruch 2, das ein Bauteil einer Uhr ist.

4. Verwendung des Materials nach Anspruch 1 auf dem Gebiet der Mikromechanik.

5. Verfahren zur Herstellung eines Materials durch Pulvermetallurgie, das die folgenden Schritte umfasst:

- Bereitstellen von drei Metallpulvertypen, die Körner aufweisen, die eine zufällige nicht gleichmäßige Form aufweisen,
- Kompaktieren der drei Metallpulvertypen, um eine kompaktierte Einheit zu bilden, in der die Körner durch Verflechtung ihrer jeweiligen Vertiefungen und Spitzen verbunden sind und ein Zwischenprodukt in Form eines Agglomerats gebildet wird, das ausschließlich aus den Metallpulverkörnern gebildet ist,
- Verdichten durch Schlagen auf das Agglomerat bei einer Temperatur unter der Schmelztemperatur des Pulvers mit der niedrigsten Schmelztemperatur, wobei die Einheit zuvor oder während der Verdichtung auf die Temperatur während einer Zeit gebracht wird, die zwischen 3 und 30 Minuten und vorzugsweise zwischen 5 und 20 Minuten liegt,

- wobei die drei Pulvertypen ein erstes Pulver umfassen, das aus Nickel zusammengesetzt ist, ein zweites Pulver, das aus Bronze zusammengesetzt ist und ein drittes Pulver, das aus Messing zusammengesetzt ist und wobei der Massenanteil der ersten Phase zwischen 3 und 40 % liegt, der Massenanteil der zweiten Phase zwischen 2 und 20 % liegt und der Massenanteil der dritten Phase dem verbleibenden Prozentsatz bis 100 % entspricht.

6. Verfahren nach Anspruch 5, umfassend einen Schritt des Mischens der Pulver vor dem Kompaktieren.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 6, wobei der Gehalt an Cu und an Zn des Messingpulvers in der dritten Phase jeweils 60 und 40 % beträgt und wobei der Gehalt an Cu und Sn im Bronzepulver in der zweiten Phase jeweils 90 und 10 % beträgt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 7, wobei die Verdichtung durch Schlagen bei einer Temperatur von über oder gleich 500 °C durchgeführt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8, wobei das Kompaktieren kalt durchgeführt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 9, wobei die Anzahl der Schläge beim Verdichten zwischen 1 und 50 mit einer Energie zwischen 500 und 2000 J liegt.

## Claims

1. A compacted and densified metal material consisting of three phases formed of an agglomerate of grains, the cohesion of the material being ensured by bridges formed between grains, said material having a relative density which is greater than or equal to 95% measured by Archimedean weighing, wherein the phases are separated by irregularly shaped interfaces and wherein the three phases comprise a first phase being composed of nickel, a second phase being composed of bronze and a third phase being composed of brass, and wherein the mass fraction of the first phase is comprised between 3 and 40%, the mass fraction of the second phase is comprised between 2 and 20% and the mass fraction of the third phase corresponds to the percentage remaining to make 100%.
2. A part comprising the material according to claim 1.
3. The part according to claim 2, being a timepiece component.
4. A use of the material according to claim 1 in the field of micromechanics.
5. A method for manufacturing a material by powder metallurgy comprising the following steps:
  - provision of three types of metal powders with grains having a non-regular random shape,
  - compaction of the three types of metal powders to form a compacted assembly in which the grains are linked together by entanglement of the respective valleys and peaks thereof and forms an intermediate product in the form of an agglomerate formed exclusively of the metal powder grains,
  - densification by impact of the agglomerate at a temperature lower than the melting temperature of the powder having the lowest melting temperature, the assembly being previously or during the densification brought to said temperature for a time period comprised between 3 and 30 minutes and, preferably, between 5 and 20 minutes,
  - the three types of powder comprising a first powder being composed of nickel, a second powder being composed of bronze and a third powder being composed of brass, and wherein the mass fraction of the first phase is comprised between 3 and 40%, the mass fraction of the second phase is comprised between 2 and 20% and the mass fraction of the third phase corresponds to the percentage remaining to make 100%.
6. The method according to claim 5, comprising a step of mixing the powders before compacting.
7. The method according to one of claims 5 to 6, wherein the Cu and Zn content of the brass powder in the third phase is respectively 60 and 40% and wherein the Cu and Sn content in the bronze powder in the second phase is respectively 90 and 10%.

## EP 3 393 701 B1

8. The method according to one of claims 5 to 7, wherein the densification by impact is performed at a temperature greater than or equal to 500°C.
9. The method according to any one of claims 5 to 8, wherein the compaction is carried out under cold conditions.
10. The method according to any one of claims 5 to 9, wherein the number of impacts during the densification is comprised between 1 and 50 with an energy comprised between 500 and 2000J.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

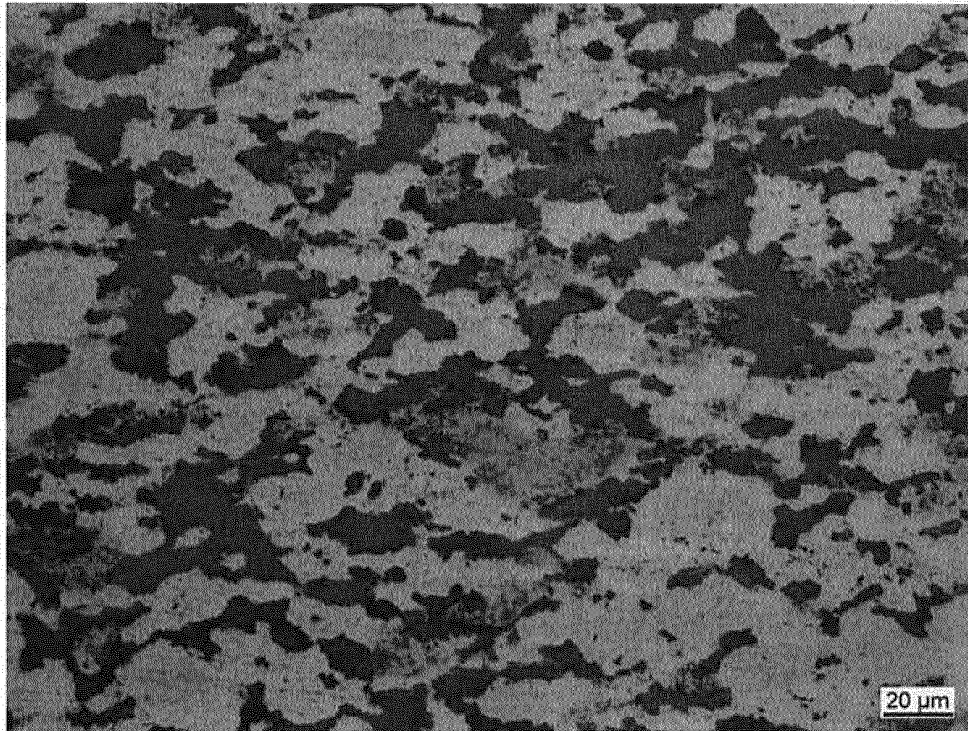
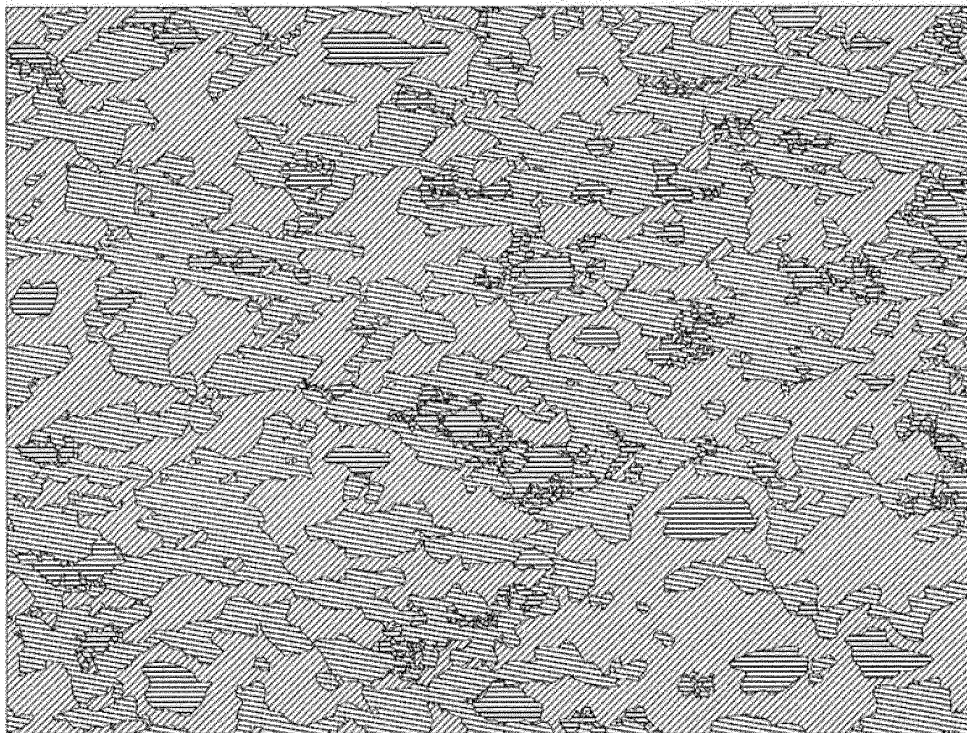


FIG.1



/// = Nickel; === = Bronze, ▨ = Laiton

FIG.2

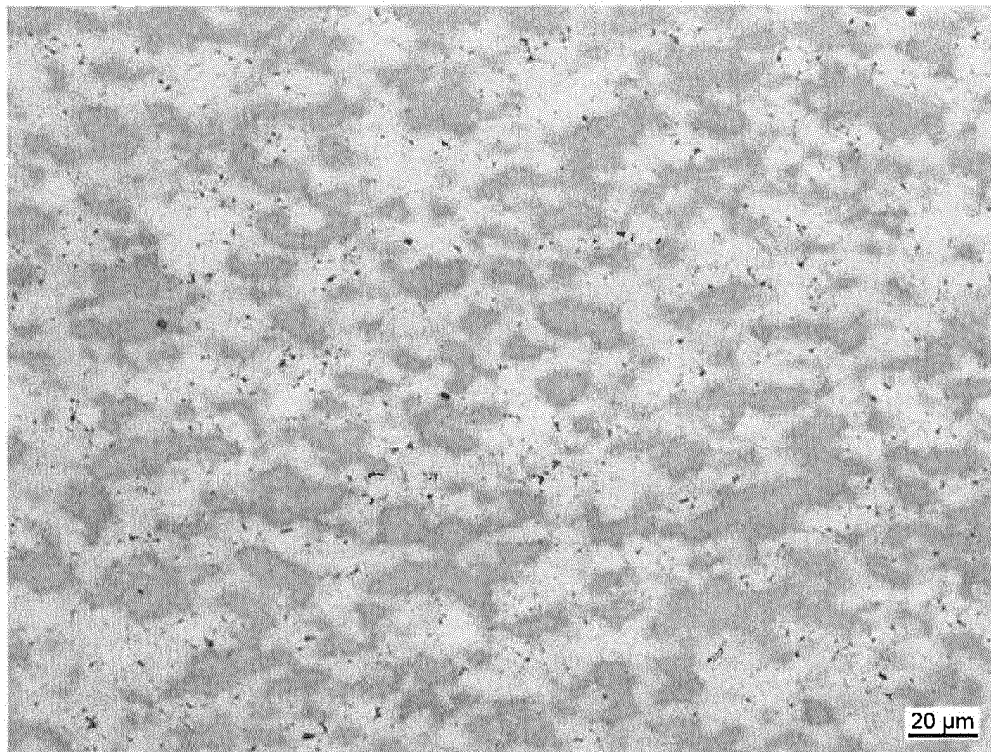
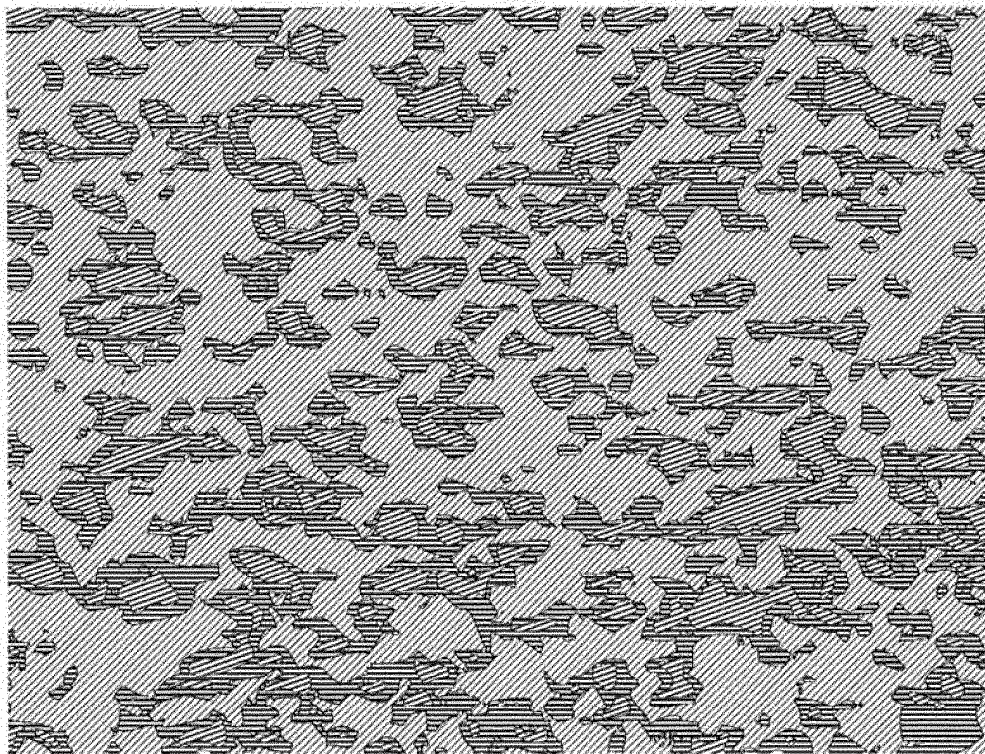


FIG.3



▨ = Nickel; ▨ = Bronze, ▨ = Laiton

FIG.4

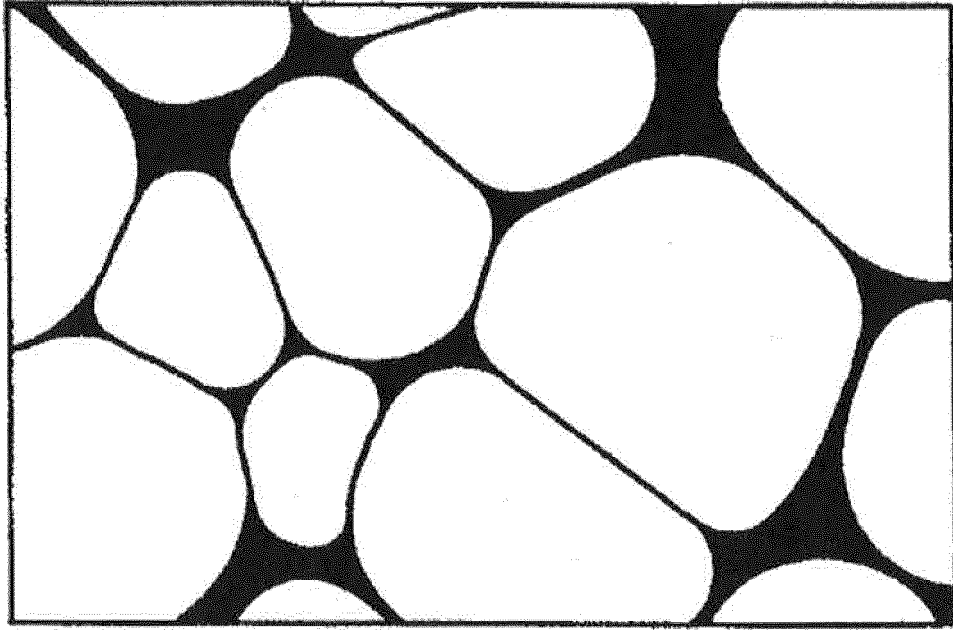


FIG. 5

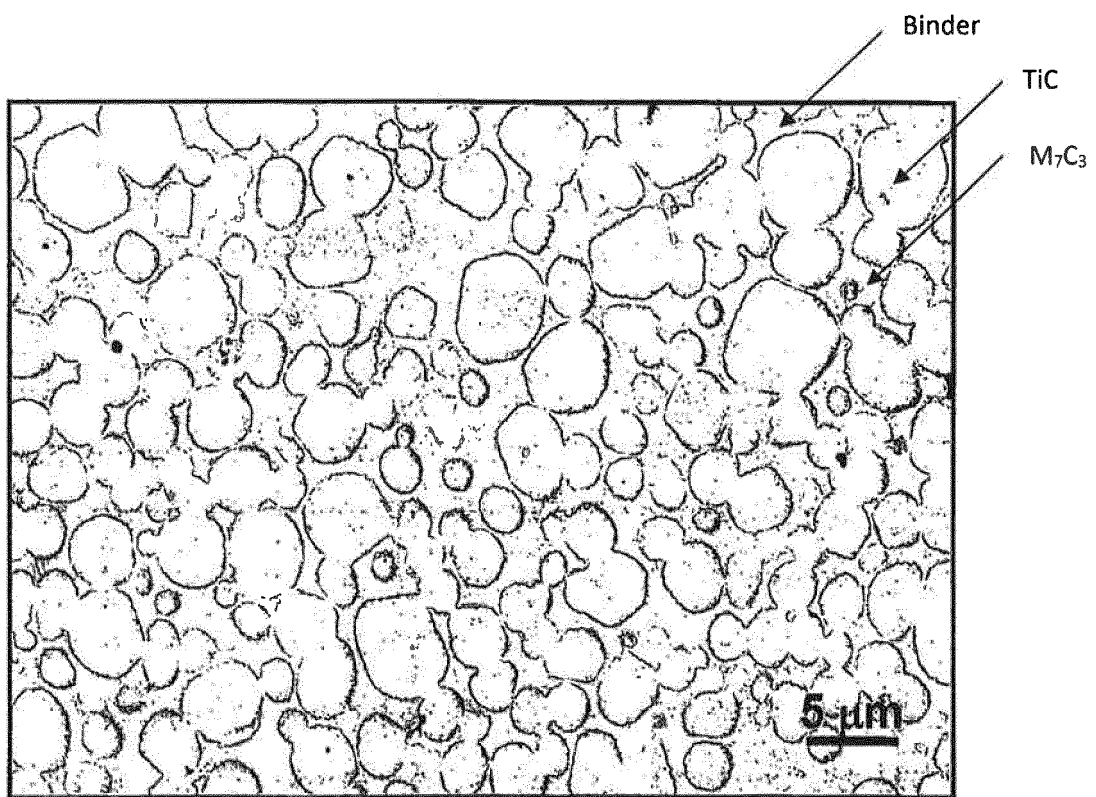


FIG. 6

**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**

- US 5294269 A [0003] [0008] [0018]
- US 20040231459 A [0003] [0008] [0018]
- CN 104959609 A [0003]
- WO 0238315 A1 [0003]
- US 4147568 A [0003]
- WO 2014199090 A [0014]