

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 921 541 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: **98402804.3**

(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 9715273**

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

(72) Inventeurs:
• **Couderchon, Georges**
58160 Sauvigny-lès-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 doux nanocristallin utilisable dans un disjoncteur différentiel et noyau magnétique obtenu**

(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 niobium, le titane, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse, ainsi que des impuretés résultant de l'éla-

boration, 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, selon lequel on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 300 °C et 450 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de créniaux. Noyau magnétique obtenu et utilisation de ce noyau dans un disjoncteur différentiel de la classe A.

EP 0 921 541 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 A.

[0002] Les disjoncteurs différentiels de la classe A sont des disjoncteurs différentiels à propre courant sensible non seulement aux courants de défaut sinusoïdaux, mais également aux courants de défauts pulsés. Ces disjoncteurs différentiels comportent un noyau magnétique en alliage magnétique doux ayant une perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z à 50 Hertz élevée et un rapport Br/B_m de l'induction rémanente à l'induction à saturation inférieure à 0,2, et une bonne stabilité en température des propriétés magnétiques dans la plage de température de fonctionnement qui s'étend de - 25 °C à + 100 °C. La perméabilité magnétique maximale d'impédance μ_z doit être élevée, car, plus elle est élevée, plus il est possible de réduire les dimensions du noyau magnétique et donc de miniaturiser le disjoncteur différentiel ; le rapport Br/B_m doit rester faible pour préserver la sensibilité du disjoncteur aux courants pulsés. De plus, la sensibilité du disjoncteur aux courants de défaut pulsés est d'autant meilleur que les grandeurs ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} sont plus élevées ; ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} étant les amplitudes de variation de l'induction magnétique engendrées par un champ d'excitation alternatif redressé demi-onde dans le premier cas et pleine onde dans le second.

[0003] On peut fabriquer des noyaux magnétiques pour disjoncteurs différentiels de la classe A en utilisant un alliage magnétique doux du type comprenant plus de 60 atomes % de fer, du cuivre, du silicium, du bore et un élément pris parmi le niobium, le titane, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse. 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, et, enfin, soumis à un traitement thermique sous champ magnétique transverse appliqué de façon continue tout au long du traitement thermique, le traitement thermique se faisant vers 400 °C. Les noyaux magnétiques ainsi obtenus ont une stabilité en température satisfaisante et un rapport Br/B_m inférieur à 0,2. Mais ils ne permettent pas d'obtenir une perméabilité magnétique d'impédance μ_z mesurée à 50 Hz dans un champ d'excitation maximale de 10 mA/cm (valeur de crête) à 25 °C supérieure à 170 000 ni des valeurs de ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} supérieures à 0,19 Tesla pour un champ d'excitation d'amplitude maximale de 10 mA/cm, ce qui limite les possibilités de miniaturisation.

[0004] 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 A ayant à la fois une perméabilité magnétique d'impédance μ_z mesurée à 50 Hz dans un champ d'excitation maximale de 10 mA/cm (valeur de crête) supérieure à 200 000 et des valeurs de ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} supérieures à 0,2 Tesla pour un champ d'excitation d'amplitude maximale de 10 mA/cm.

[0005] 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 niobium, le titane, 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. Selon ce procédé, on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 250 °C et 450 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de crêpeaux.

[0006] De préférence, le traitement thermique sous champ magnétique transverse est effectué à une température comprise entre 300 °C et 400 °C.

[0007] Ce procédé s'applique plus particulièrement aux alliages magnétiques doux nanocristallins dont la composition chimique 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 niobium, le titane, le zirconium, le hafnium, le vanadium, le tantale, le chrome, le molybdène, le tungstène et le manganèse.

[0008] 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. De préférence, 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.

[0009] Le noyau magnétique obtenu par le procédé selon l'invention peut être utilisé avantageusement pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel à propre courant de la classe A.

[0010] L'invention va maintenant être décrite plus en détails et illustrée par un exemple.

[0011] 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

- 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 niobium, le titane, 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 .

L'alliage contient également des impuretés résultant de l'élaboration.

[0012] 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 %.

[0013] 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. La température de recuit de cristallisation peut alors être choisie égale à cette température.

[0014] Le traitement thermique effectué sous champ magnétique est effectué à une température comprise entre 250 °C et 450 °C, et de préférence entre 300 °C et 400 °C. Pendant le maintien en température, le champ magnétique est appliqué sous forme d'une succession de créneaux. Un créneau 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 (créneaux rectangulaires) ou variable. Tous les créneaux peuvent être de même intensité ou au contraire d'intensité variable d'un créneau à l'autre. Le traitement thermique peut se terminer à la fin de la période d'application du champ magnétique du dernier créneau ; l'essentiel étant que le traitement comporte au moins deux périodes pendant lesquelles le champ magnétique 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.

[0015] Par ce procédé on obtient un noyau magnétique dont la perméabilité magnétique d'impédance μ_z mesurée à 50 Hertz dans un champ magnétique d'excitation maximale de 10 mA/cm (valeur de crête) à 25 °C est supérieur à 200 000, et dont la perméabilité magnétique varie de moins de 25 % sur la plage de température comprise entre - 25 °C et + 100 °C. De plus, le rapport Br/B_m de l'induction rémanente à l'induction à saturation est inférieure à 0,2, ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} sont tous les deux supérieures à 0,2 Tesla, le rapport $\Delta B_{stat}/\Delta B_{dyn}$ étant voisin de 1. Un tel noyau magnétique peut être utilisé dans un disjoncteur différentiel de la classe A. Du fait de ses propriétés magnétiques, à sensibilité égale du disjoncteur, la section du noyau peut être réduite sensiblement par rapport à la section d'un noyau magnétique selon l'art antérieur.

[0016] 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.

[0017] A titre d'exemple, à partir d'un ruban en alliage $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$, (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 deux séries A et B de noyaux magnétiques qui ont été soumises toutes les deux à un traitement de cristallisation de 1 heures à 530 °C (sans traitement de relaxation). A titre de comparaison, la première série A de noyaux a été soumise à un traitement thermique de 1 heure à 350 °C sous champ magnétique transverse appliqué de façon continue. Conformément à l'invention, l'autre série, B, a été soumise à un traitement thermique de 1 heure à 350 sous champ magnétique transverse appliqué sous forme de créneaux de 5 mn sous champ magnétique séparées par des périodes de 15 mn sans champ magnétique. Pour l'une des séries, on a mesuré à 25 °C les grandeurs μ_z , ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} pour un champ magnétique d'excitation alternatif à 50 Hertz d'amplitude maximale de 10 mA/cm ; on a également mesuré le rapport Br/B_m . Les résultats ont été les suivants :

série	μ (10 mA/cm°)	ΔB_{stat} (T)	ΔB_{dyn} (T)	$\Delta B_{\text{stat}} / \Delta B_{\text{dyn}}$	Br/Bm
A compar.	153 000	0,172	0,169	1,017	0,05
B invention	230 000	0,240	0,234	1,025	0,1

[0018] Ces exemples montrent bien l'amélioration de propriétés magnétiques apportées par le procédé selon l'invention : μ_z supérieur à 200 000, ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} supérieurs à 0,2 Tesla, avec $\Delta B_{\text{stat}}/\Delta B_{\text{dyn}}$ voisin de 1 et Br/Bm inférieur à 0,2.

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 niobium, le titane, 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, caractérisé en ce que on effectue sur le noyau magnétique un traitement thermique sous champ magnétique transverse à une température comprise entre 250 °C et 450 °C, le champ magnétique étant appliqué sous forme de créniaux.
- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le traitement thermique sous champ magnétique transverse est effectué à une température comprise entre 300 °C et 400 °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 niobium, le titane, 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.
- 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 niobium, le titane, 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, caractérisé en ce que, pour un champ magnétique d'excitation alternatif à 50 Hertz d'amplitude maximale de 10 mA/cm, à 25 °C, la perméabilité magnétique d'impédance μ_z est supérieure à 200 000, le rapport Br/Bm de l'induction rémanente Br à l'induction à saturation Bm inférieur à 0,2 et les grandeurs ΔB_{stat} et ΔB_{dyn} sont supérieures à 0,2 Tesla.
- Utilisation d'un noyau magnétique selon la revendication 6 pour la fabrication d'un disjoncteur différentiel à propre courant de la classe A.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 2804

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 * ---	1,3,6,7	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 * ---	1,6,7	
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 * ---	1,6,7	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	Examineur Decanniere, L
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C02)

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

EP 98 40 2804

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