

(19)



(11)

EP 3 671 359 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
26.04.2023 Bulletin 2023/17

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):
G04B 1/14 (2006.01) G04B 17/06 (2006.01)
G04B 17/22 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **18215265.2**

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):
G04B 1/145; G04B 17/066; G04B 17/227

(22) Date de dépôt: **21.12.2018**

(54) **PROCÉDÉ DE FORMATION D'UN RESSORT SPIRALE D'HORLOGERIE À BASE TITANE**
HERSTELLUNGSVERFAHREN EINER SPIRALFEDER EINES UHRWERKS AUF TITANBASIS
MANUFACTURING METHOD OF A TIMEPIECE SPIRAL SPRING MADE OF TITANIUM

(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

(74) Mandataire: **ICB SA**
Faubourg de l'Hôpital, 3
2001 Neuchâtel (CH)

(43) Date de publication de la demande:
24.06.2020 Bulletin 2020/26

(56) Documents cités:
EP-A1- 1 114 876 EP-A1- 1 258 786
EP-A1- 2 696 381 EP-A2- 1 083 243
WO-A2-2005/045532 WO-A2-2015/189278
FR-A1- 3 064 281 GB-A- 1 166 701
JP-A- S52 147 511

(73) Titulaire: **Nivarox-FAR S.A.**
2400 Le Locle (CH)

(72) Inventeur: **CHARBON, Christian**
2054 Chézard-St-Martin (CH)

EP 3 671 359 B1

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).

Description

Domaine de l'invention

5 [0001] L'invention concerne le domaine de la fabrication des ressorts d'horlogerie, en particulier des ressorts de stockage d'énergie, tels que ressorts de barillet ou ressorts-spiraux moteur ou de sonnerie, ou des ressorts d'oscillateur, tels que spiraux.

Arrière-plan de l'invention

10 [0002] La fabrication de ressorts de stockage d'énergie pour l'horlogerie doit faire face à des contraintes souvent à première vue incompatibles :

- 15 - nécessité d'obtention d'une limite élastique très élevée,
- nécessité d'obtention d'un module d'élasticité bas,
- facilité d'élaboration, notamment de tréfilage,
- excellente tenue en fatigue,
- tenue dans le temps,
- faibles sections,
- 20 - agencement des extrémités : crochet de bonde et bride glissante, avec des fragilités locales et une difficulté d'élaboration.

25 [0003] La réalisation de ressorts-spiraux est quant à elle centrée sur le souci de la compensation thermique, de façon à garantir des performances chronométriques régulières. Il faut pour cela obtenir un coefficient thermoélastique proche de zéro.

[0004] Toute amélioration sur au moins l'un des points, et en particulier sur la tenue mécanique de l'alliage utilisé, représente donc une avancée significative.

30 [0005] Le document FR3064281 A1 divulgue, à partir de la page 14, un procédé de formation d'un ressort spiralé horloger formé dans un alliage niobium-titane (Nb étant présent en pourcentage massique de 40.5%). Le procédé de fabrication comporte les étapes suivantes:

- formation d'un fil de l'alliage, ce fil étant en phase beta métastable;
- chauffage du fil à 350 °C et trempe dans une solution aqueuse comportant du graphite en suspension;
- séchage du fil;
- 35 - tréfilage du fil, par plusieurs passages dans une filière à 400 °C;
- laminage à plat, effectué à froid;
- estrapadage;
- traitement thermique à 475 °C pendant 10 minutes.

Résumé de l'invention

[0006] L'invention se propose de définir et de mettre au point le procédé de fabrication adéquat pour la fabrication de ressorts spiralés d'horlogerie.

45 [0007] À cet effet, l'invention concerne un procédé de fabrication d'un tel ressort spiralé d'horlogerie, selon la revendication indépendante 1. Des réalisations préférées sont définies dans les revendications dépendantes.

Description sommaire des dessins

50 [0008] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description détaillée qui va suivre, en référence aux dessins annexés, où :

- la figure 1 représente, de façon schématisée et en vue en plan avant son premier armage, un ressort de barillet qui est un ressort spiralé selon l'invention ;
- la figure 2 représente, de façon schématisée, un ressort-spiral qui est un ressort spiralé selon l'invention ;
- 55 - la figure 3 représente la séquence des opérations principales du procédé selon l'invention.

Description détaillée des modes de réalisation préférés

[0009] L'invention vise à la fabrication d'un ressort spiralé d'horlogerie à structure bi-phasée.

[0010] Selon l'invention, le matériau de ce ressort spiralé est un alliage de type binaire à base titane, comportant du niobium.

[0011] Dans une variante avantageuse de réalisation, cet alliage comporte :

- niobium : balance à 100% ;
- une proportion en masse de titane strictement supérieure à 60.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total,
- des traces d'autres composants parmi O, H, C, Fe, Ta, N, Ni, Si, Cu, Al, chacun desdits composants de traces étant compris entre 0 et 1600 ppm du total en masse, et la somme de ces traces étant inférieure ou égale à 0.3% en masse.

[0012] Plus particulièrement, cet alliage comporte une proportion en masse de titane supérieure ou égale à 65.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total.

[0013] Plus particulièrement, cet alliage comporte une proportion en masse de titane supérieure ou égale à 70.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total.

[0014] Plus particulièrement encore, dans une alternative, cet alliage comporte une proportion en masse de titane supérieure ou égale à 70.0% du total et inférieure ou égale à 75.0% du total.

[0015] Plus particulièrement encore, dans une autre alternative, cet alliage comporte une proportion en masse de titane strictement supérieure à 76.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total.

[0016] Plus particulièrement, cet alliage comporte une proportion en masse de titane inférieure ou égale à 80.0% du total.

[0017] Plus particulièrement encore, cet alliage comporte une proportion en masse de titane strictement supérieure à 76.0% du total et inférieure ou égale à 78.0% du total.

[0018] De façon avantageuse, ce ressort spiralé a une microstructure bi-phasée comportant du niobium bêta cubique centré et du titane alpha hexagonal compact. Plus particulièrement, ce ressort spiralé a une microstructure biphasée comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β (structure cubique centrée) et une solution solide de niobium avec du titane en phase α (structure hexagonale compacte), la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume.

[0019] Pour obtenir une telle structure, et convenant à l'élaboration d'un ressort, il est nécessaire de précipiter une partie de la phase alpha par traitement thermique.

[0020] Plus le taux de titane est élevé, plus la proportion maximale de phase alpha qui peut être précipitée par traitement thermique est élevée, ce qui incite à rechercher une forte proportion de titane.

[0021] Plus particulièrement, le total des proportions en masse du titane et du niobium est compris entre 99.7% et 100% du total.

[0022] Plus particulièrement, la proportion en masse d'oxygène est inférieure ou égale à 0.10% du total, voire encore inférieure ou égale à 0.085% du total.

[0023] Plus particulièrement, la proportion en masse de tantale est inférieure ou égale à 0.10% du total.

[0024] Plus particulièrement, la proportion en masse de carbone est inférieure ou égale à 0.04% du total, notamment inférieure ou égale à 0.020% du total, voire encore inférieure ou égale à 0.0175% du total.

[0025] Plus particulièrement, la proportion en masse de fer est inférieure ou égale à 0.03% du total, notamment inférieure ou égale à 0.025% du total, voire encore inférieure ou égale à 0.020% du total.

[0026] Plus particulièrement, la proportion en masse d'azote est inférieure ou égale à 0.02% du total, notamment inférieure ou égale à 0.015% du total, voire encore inférieure ou égale à 0.0075% du total.

[0027] Plus particulièrement, la proportion en masse d'hydrogène est inférieure ou égale à 0.01% du total, notamment inférieure ou égale à 0.0035% du total, voire encore inférieure ou égale à 0.0005% du total.

[0028] Plus particulièrement, la proportion en masse de nickel est inférieure ou égale à 0.01% du total.

[0029] Plus particulièrement, la proportion en masse de silicium est inférieure ou égale à 0.01% du total.

[0030] Plus particulièrement, la proportion en masse de nickel est inférieure ou égale à 0.01% du total, notamment inférieure ou égale à 0.16% du total.

[0031] Plus particulièrement, la proportion en masse de matériau ductile ou cuivre est inférieure ou égale à 0.01% du total, notamment inférieure ou égale à 0.005% du total.

[0032] Plus particulièrement, la proportion en masse d'aluminium est inférieure ou égale à 0.01% du total.

[0033] Ce ressort spiralé a une limite élastique supérieure ou égale à 1000 MPa. Plus particulièrement, le ressort spiralé a une limite élastique supérieure ou égale à 1500 MPa.

[0034] Plus particulièrement encore, le ressort spiralé a une limite élastique supérieure ou égale à 2000 MPa.

[0035] De façon avantageuse, ce ressort spiralé a un module d'élasticité supérieur à 60 GPa et inférieur ou égal à 80 GPa.

[0036] L'alliage ainsi déterminé permet, selon le traitement appliqué en cours d'élaboration, la confection de ressorts spiralés qui sont des ressorts-spiraux avec une limite élastique supérieure ou égale à 1000 MPa, ou des ressorts de barillet, notamment lorsque la limite élastique supérieure ou égale à 1500 MPa.

[0037] L'application à un ressort-spiral nécessite des propriétés aptes à garantir le maintien des performances chronométriques malgré la variation des températures d'utilisation d'une montre incorporant un tel ressort-spiral. Le coefficient thermoélastique, dit aussi CTE de l'alliage, a alors une grande importance. L'alliage en phase bêta écroui présente un CTE fortement positif, et la précipitation de la phase alpha qui possède un CTE fortement négatif, permet de ramener l'alliage biphasé à un CTE proche de zéro, ce qui est particulièrement favorable. Pour former un oscillateur chronométrique avec un balancier en CuBe ou en maillechort, un CTE de +/- 10 ppm/°C doit être atteint. La formule qui lie le CTE de l'alliage et les coefficients de dilatation du spiral est du balancier est la suivante :

$$CT = \frac{dM}{dT} = \left(\frac{1}{2E} \frac{dE}{dT} - \beta + \frac{3}{2} \alpha \right) \times 86400 \frac{s}{f^{\circ}C}$$

[0038] Les variables M et T sont respectivement la marche et la température. E est le module de Young du ressort-spiral, et, dans cette formule, E, β et α s'expriment en °C⁻¹.

[0039] CT est le coefficient thermique de l'oscillateur, (1/E. dE/dT) est le CTE de l'alliage spiral, β est le coefficient de dilatation du balancier et α celui du spiral.

[0040] L'invention concerne en particulier un procédé de fabrication d'un ressort spiralé d'horlogerie, dans lequel on met en oeuvre successivement les étapes suivantes :

- (10) élaboration d'une ébauche dans un alliage comportant du niobium et du titane, qui est un alliage de type binaire à base titane et comportant du niobium, et qui comporte :
- niobium : balance à 100% ;
- une proportion en masse de titane strictement supérieure ou égale à 60.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total,
- des traces d'autres composants parmi O, H, C, Fe, Ta, N, Ni, Si, Cu, Al, chacun desdits composants de traces étant compris entre 0 et 1600 ppm du total en masse, et la somme desdites traces étant inférieure ou égale à 0.3% en masse;
- (20) application audit alliage de séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, comportant l'application de déformations alternées à des traitements thermiques, jusqu'à l'obtention d'une microstructure biphasée comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β et une solution solide de niobium avec du titane en phase α , la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume, avec une limite élastique supérieure ou égale à 1000 MPa, et un module d'élasticité supérieur à 60 GPa et inférieur ou égal à 80 GPa ;
- (30) tréfilage jusqu'à l'obtention d'un fil de section ronde, et laminage à plat compatible avec la section d'entrée d'une calandre ou d'une broche d'estrapadage ou avec une mise en bague dans le cas d'un ressort de barillet;
- (40) calandrage en clé de sol des spires pour former un ressort de barillet avant son premier armage, ou estrapadage pour former un ressort-spiral, ou mise en bague et traitement thermique pour un ressort de barillet.

[0041] De façon particulière, on effectue l'application à cet alliage de séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, comportant l'application de déformations (21) alternées à des traitements thermiques (22), jusqu'à l'obtention d'une microstructure biphasée comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β et une solution solide de niobium avec du titane en phase α , la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume, avec une limite élastique supérieure ou égale à 2000 MPa. Plus particulièrement, le cycle de traitement comporte alors préalablement une trempe bêta (15) à un diamètre donné, de façon à ce que toute la structure de l'alliage soit bêta, puis une succession de ces séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation.

[0042] Dans ces séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, chaque déformation est effectuée avec un taux de déformation donné compris entre 1 et 5, ce taux de déformation répondant à la formule classique $2\ln(d_0/d)$, où d_0 est le diamètre de la dernière trempe bêta, et où d est le diamètre du fil écroui. Le cumul global des déformations sur l'ensemble de cette succession de phases amène un taux total de déformation compris entre 1 et 14. Chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte, à chaque fois, un traitement thermique de précipitation de la phase alpha Ti (300-700 °C, 1h-30h).

[0043] Cette variante de procédé comportant une trempe bêta est particulièrement adaptée à la fabrication de ressorts de barillet. Plus particulièrement, cette trempe bêta est un traitement de mise en solution, avec une durée comprise entre 5 minutes et 2 heures à une température comprise entre 700°C et 1000°C, sous vide, suivie d'un refroidissement sous gaz.

[0044] Plus particulièrement encore, cette trempe bêta est un traitement de mise en solution, avec 1 heure à 800°C

sous vide, suivie d'un refroidissement sous gaz.

[0045] Pour revenir aux séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, plus particulièrement chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte un traitement de précipitation d'une durée comprise entre 1 heure et 80 heures à une température comprise entre 350°C et 700°C. Plus particulièrement, la durée est comprise entre 1 heure et 10 heures à une température comprise entre 380°C et 650°C. Plus particulièrement encore, la durée est de 1 heure à 12 heures, à une température de 380°C. De préférence, on applique des traitements thermiques longs, par exemple des traitements thermiques réalisés pendant une durée comprise entre 15 heures et 75 heures à une température comprise entre 350°C et 500°C. Par exemple on applique des traitements thermiques de 75h à 400h à 350°C, de 25h à 400°C ou de 18h à 480°C.

[0046] Plus particulièrement, le procédé comporte entre une et cinq, de préférence de trois à cinq, séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation.

[0047] Plus particulièrement, la première séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte une première déformation avec au moins 30 % de réduction de section.

[0048] Plus particulièrement, chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation, autre que la première, comporte une déformation entre deux traitements thermiques de précipitation avec au moins 25 % de réduction de section.

[0049] Plus particulièrement, après cette élaboration de ladite ébauche en alliage, et avant le tréfilage, dans une étape supplémentaire 25, on ajoute à l'ébauche une couche superficielle de matériau ductile pris parmi le cuivre, le nickel, le cupro-nickel, le cupro-manganèse, l'or, l'argent, le nickel-phosphore Ni-P et le nickel-bore Ni-B, ou similaire, pour faciliter la mise en forme de fil par étirage et tréfilage et laminage. Et, après le tréfilage, ou après le laminage, ou après une opération ultérieure de calandrage ou estrapadage, ou encore de mise en bague et traitement thermique dans le cas d'un ressort de barillet, on débarrasse le fil de sa couche du matériau ductile, notamment par attaque chimique, dans une étape 50.

[0050] Pour le ressort de barillet, il est en effet possible d'effectuer la fabrication par mise en bague et traitement thermique, où la mise en bague remplace le calandrage. Le ressort de barillet est encore généralement traité thermiquement après mise en bague ou après calandrage.

[0051] Un ressort spiral est, quant à lui, généralement, encore traité thermiquement après estrapadage.

[0052] Plus particulièrement, on effectue la dernière phase de déformation sous la forme d'un laminage à plat, et on pratique le dernier traitement thermique sur le ressort calandré ou mis en bague ou estrapadé. Plus particulièrement, après le tréfilage, on lamine le fil à plat, avant la fabrication du ressort proprement dit par calandrage ou estrapadage ou mise en bague.

[0053] Dans une variante, on dépose la couche superficielle de matériau ductile de façon à constituer un ressort spiral dont le pas n'est pas un multiple de l'épaisseur de la lame. Dans une autre variante, on dépose la couche superficielle de matériau ductile de façon à constituer un ressort dont le pas est variable.

[0054] Dans une application horlogère particulière, du matériau ductile ou cuivre est ainsi ajouté à un moment donné pour faciliter la mise en forme du fil par étirage et tréfilage, de telle manière à ce qu'il en reste une épaisseur de 10 à 500 micromètres sur le fil au diamètre final de 0.3 à 1 millimètres. Le fil est débarrassé de sa couche de matériau ductile ou cuivre notamment par attaque chimique, puis est laminé à plat avant la fabrication du ressort proprement dit.

[0055] L'apport de matériau ductile ou cuivre peut être galvanique, ou bien mécanique, c'est alors une chemise ou un tube de matériau ductile ou cuivre qui est ajusté sur une barre d'alliage niobium-titane à un gros diamètre, puis qui est amincie au cours des étapes de déformation du barreau composite.

[0056] L'enlèvement de la couche est notamment réalisable par attaque chimique, avec une solution à base de cyanures ou à base d'acides, par exemple d'acide nitrique.

[0057] L'invention permet, ainsi, notamment la réalisation d'un ressort spiralé de barillet en alliage de type niobium-titane, typiquement à plus de 60 % en masse de titane.

[0058] Par une combinaison adéquate d'étapes de déformation et de traitement thermique, il est possible d'obtenir une microstructure bi-phasée lamellaire très fine, en particulier nanométrique, comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β et une solution solide de niobium avec du titane en phase α , la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume. Cet alliage combine une limite élastique très élevée, supérieure au moins à 1000 MPa, ou supérieure à 1500 MPa, voire à 2000 MPa sur du fil, et un module d'élasticité très bas, de l'ordre de 60 Gpa à 80 GPa. Cette combinaison de propriétés convient bien pour un ressort de barillet ou ressort-spiral. Cet alliage de type niobium-titane se laisse facilement recouvrir de matériau ductile ou cuivre, ce qui facilite grandement sa déformation par tréfilage.

[0059] Un tel alliage est connu et utilisé pour la fabrication de supraconducteurs, tels qu'appareils d'imagerie par résonance magnétique, ou accélérateurs de particules), mais n'est pas utilisé en horlogerie. Sa microstructure fine et bi-phasée est recherchée dans le cas des supraconducteurs pour des raisons physiques et a comme effet collatéral bienvenu une amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage.

[0060] Un tel alliage convient particulièrement bien pour la réalisation d'un ressort de barillet, et aussi pour la réalisation

de ressorts-spiraux.

[0061] Un alliage de type binaire comportant du niobium et du titane, du type sélectionné ci-dessus pour la mise en oeuvre de l'invention, est également susceptible d'être utilisé comme fil spiral, il présente un effet similaire à celui de l'« Elinvar », avec un coefficient thermo-élastique pratiquement nul dans la plage de températures d'utilisation usuelle de montres, et apte à la fabrication de spiraux auto-compensateurs, en particulier pour des alliages niobium-titane avec une proportion en masse de titane supérieure à 60% et allant jusqu'à 85%.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé d'horlogerie, dans lequel on met en oeuvre successivement les étapes suivantes :

- élaboration d'une ébauche dans un alliage de type binaire comportant du niobium et du titane, et qui comporte :

- niobium : balance à 100% ;
- une proportion en masse de titane strictement supérieure à 60.0% du total et inférieure ou égale à 85.0% du total,
- des traces d'autres composants parmi O, H, C, Fe, Ta, N, Ni, Si, Cu, Al, chacun desdits composants de traces étant compris entre 0 et 1600 ppm du total en masse, et la somme desdites traces étant inférieure ou égale à 0.3% en masse;

- exécution d'un cycle de traitement comportant préalablement une trempe bêta à un diamètre donné, de façon à ce que toute la structure de l'alliage soit bêta, puis application audit alliage d'une succession de séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, comportant l'application de déformations alternées à des traitements thermiques, jusqu'à l'obtention d'une microstructure biphasée comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β et une solution solide de niobium avec du titane en phase α , la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume, avec une limite élastique supérieure ou égale à 1000 MPa, et un module d'élasticité supérieur à 60 GPa et inférieur ou égal à 80 GPa ;

- tréfilage jusqu'à l'obtention d'un fil de section ronde, et laminage à plat compatible avec la section d'entrée d'une calandre ou d'une broche d'estrapadage ou avec une mise en bague;

- calandrage en clé de sol des spires pour former un ressort de barillet avant son premier armage, ou estrapadage pour former un ressort-spiral, ou mise en bague et traitement thermique pour un ressort de barillet.

2. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** pratique un dernier traitement thermique sur le ressort calandré ou mis en bague ou estrapadé.

3. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'on** effectue l'application audit alliage de séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, comportant l'application de déformations alternées à des traitements thermiques, jusqu'à l'obtention d'une microstructure biphasée comprenant une solution solide de niobium avec du titane en phase β et une solution solide de niobium avec du titane en phase α , la teneur en titane en phase α étant supérieure à 10% en volume, avec une limite élastique supérieure ou égale à 2000 MPa, le cycle de traitement comportant préalablement une trempe bêta à un diamètre donné, de façon à ce que toute la structure de l'alliage soit bêta, puis une succession desdites séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation, où chaque déformation est effectuée avec un taux de déformation donné compris entre 1 et 5, le cumul global des déformations sur l'ensemble de ladite succession de phases amenant un taux total de déformation compris entre 1 et 14, et qui comporte à chaque fois un traitement thermique de précipitation de la phase alpha Ti.

4. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** ladite trempe bêta est un traitement de mise en solution, avec une durée comprise entre 5 minutes et 2 heures à une température comprise entre 700°C et 1000°C, sous vide, suivie d'un refroidissement sous gaz.

5. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** ladite trempe bêta est un traitement de mise en solution, avec 1 heure à 800°C sous vide, suivie d'un refroidissement sous gaz.

6. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte un traitement de précipitation

EP 3 671 359 B1

d'une durée comprise entre 1 heure et 80 heures à une température comprise entre 350°C et 700°C.

- 5 7. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte un traitement de précipitation d'une durée comprise entre 1 heure et 10 heures à une température comprise entre 380°C et 650°C.
- 10 8. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** chaque séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte un traitement de précipitation d'une durée de 1 heure à 12 heures à 450 °C.
- 15 9. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** ledit procédé comporte entre une et cinq dites séquences couplées de déformation-traitement thermique de précipitation.
- 20 10. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon l'une des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** la première dite séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation comporte une première déformation avec au moins 30 % de réduction de section.
- 25 11. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** chaque dite séquence couplée de déformation-traitement thermique de précipitation, autre que la première, comporte une déformation entre deux traitements thermiques de précipitation avec au moins 25 % de réduction de section.
- 30 12. Procédé de fabrication d'un ressort spiral selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que**, après ladite élaboration de ladite ébauche en alliage, et avant ledit tréfilage, on ajoute à ladite ébauche une couche superficielle de matériau ductile pris parmi le cuivre, le nickel, le cupro-nickel, le cupro-manganèse, l'or, l'argent, le nickel-phosphore Ni-P et le nickel-bore Ni-B, pour faciliter la mise en forme de fil par étirage et tréfilage et laminage, et **en ce que**, après ledit tréfilage, ou après ledit laminage, ou après une opération ultérieure de calandrage ou estrapadage ou de mise en bague, on débarrasse ledit fil de sa couche dudit matériau ductile par attaque chimique.
- 35 13. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que**, après ledit tréfilage, on lamine ledit fil à plat, avant la fabrication du ressort proprement dit par calandrage ou estrapadage ou mise en bague.
- 40 14. Procédé de fabrication d'un ressort spiralé selon la revendication 12 ou 13, **caractérisé en ce qu'on** dépose ladite couche superficielle de matériau ductile de façon à constituer un ressort dont le pas est constant et n'est pas un multiple de l'épaisseur de lame.

Patentansprüche

- 40 1. Verfahren zum Herstellen einer Uhrenspiralfeder, bei dem folgende Schritte nacheinander durchgeführt werden:
- 45 - Erstellen eines Rohlings in einer Niob und Titan enthaltenden Legierung vom binären Typ, der Folgendes umfasst:
- 50 - Niob: Rest bei 100 %;
- einen Massenanteil von Titan, der streng größer als 60,0 % der Gesamtmenge und kleiner oder gleich 85,0 % der Gesamtmenge ist,
- Spuren von anderen Komponenten unter O, H, C, Fe, Ta, N, Ni, Si, Cu, Al, wobei jede der Spurenkomponenten zwischen 0 und 1600 ppm der Gesamtmasse beträgt und die Summe der Spuren kleiner oder gleich 0,3 Massen-% ist;
- 55 - Ausführen eines Behandlungszyklus, der zunächst eine Beta-Abschreckung bei einem bestimmten Durchmesser umfasst, so dass die gesamte Struktur der Legierung beta ist, dann Anwenden einer Folge von gekoppelten Abfolgen einer thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung auf die Legierung, die das Anwenden von abwechselnden Verformungs-Wärmebehandlungen umfasst, bis eine zweiphasige Mikrostruktur erhalten wird, umfassend eine feste Lösung aus Niob mit Titan in der β -Phase und eine feste Lösung aus Niob mit Titan in der α -Phase, wobei der Titangehalt in der α -Phase größer als 10 Vol.-% ist, mit einer Elastizitätsgrenze größer oder gleich 1000 MPa und einem Elastizitätsmodul größer als 60 GPa und kleiner oder gleich 80 GPa;

EP 3 671 359 B1

- Drahtziehen, bis ein Draht mit rundem Querschnitt erhalten wird, und kompatibles Flachwalzen mit dem Eingangsabschnitt eines Kalanders oder eines Aufwindungsstifts oder dem Drehen in Ringform;
- Kalandrieren der Spiralen im Violschlüssel, um eine Zugfeder vor ihrem ersten Spannen zu bilden, oder Aufwinden, um eine Spiralfeder zu bilden, oder Drehen in Ringform und Wärmebehandeln für eine Zugfeder.

- 5
2. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine letzte Wärmebehandlung an der kalandrierten oder in eine Ringform gedrehten oder aufgewundenen Feder durchgeführt wird.
- 10
3. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Anwenden von gekoppelten Abfolgen einer thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung auf die Legierung ausgeführt wird, umfassend das Anwenden von abwechselnden Verformungs-Wärmebehandlungen, bis eine zweiphasige Mikrostruktur erhalten wird, umfassend eine feste Lösung aus Niob mit Titan in der β -Phase und eine feste Lösung aus Niob mit Titan in der α -Phase, wobei der Titangehalt in der α -Phase größer als 10 Vol.-% ist, mit einer Elastizitätsgrenze größer oder gleich 2000 MPa, wobei der Behandlungszyklus ein vorheriges Beta-Abschrecken bei
- 15
- einem bestimmten Durchmesser umfasst, so dass die gesamte Struktur der Legierung beta ist, dann eine Folge der gekoppelten Abfolgen einer thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung, wobei jede Verformung mit einer bestimmten Verformungsrate zwischen 1 und 5 durchgeführt wird, wobei die Gesamtakkumulation der Verformungen über die gesamte Abfolge von Phasen zu einer Gesamtverformungsrate zwischen 1 und 14 führt, und das jedes Mal eine Wärmebehandlung zur Ausfällung des Ti in der Alpha-Phase umfasst.
- 20
4. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Beta-Abschrecken eine Lösungsglühbehandlung mit einer Dauer zwischen 5 Minuten und 2 Stunden bei einer Temperatur zwischen 700 °C und 1000 °C unter Vakuum ist, der eine Kühlung unter Gas folgt.
- 25
5. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Beta-Abschrecken eine Lösungsglühbehandlung von 1 Stunde bei 800 °C unter Vakuum ist, der eine Kühlung unter Gas folgt.
- 30
6. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** jede gekoppelte Abfolge der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung eine Ausfällungsbehandlung mit einer Dauer zwischen 1 Stunde und 80 Stunden bei einer Temperatur zwischen 350 °C und 700 °C umfasst.
- 35
7. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** jede gekoppelte Abfolge der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung eine Ausfällungsbehandlung mit einer Dauer zwischen 1 Stunde und 10 Stunden bei einer Temperatur zwischen 380 °C und 650 °C umfasst.
- 40
8. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** jede gekoppelte Abfolge der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung eine Ausfällungsbehandlung mit einer Dauer zwischen 1 Stunde und 12 Stunden bei einer Temperatur von 450 °C umfasst.
- 45
9. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Verfahren zwischen einer und fünf der gekoppelten Abfolgen der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung umfasst.
- 50
10. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die erste gekoppelte Abfolge der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung eine erste Verformung mit mindestens 30 % Querschnittsverringering umfasst.
- 55
11. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** jede der gekoppelten Abfolgen der thermischen Verformungs-Ausfällungsbehandlung, außer der ersten, eine Verformung zwischen zwei thermischen Ausfällungsbehandlungen mit mindestens 25 % Querschnittsverringering umfasst.
12. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** nach dem Erstellen des Legierungsrohlings und vor dem Drahtziehen dem Rohling eine Oberflächenschicht aus duktilem Material hinzugefügt wird, zu dem Kupfer, Nickel, Kupfernichel, Kupfermangan, Gold, Silber, Nickel-Phosphor Ni-P und Nickel-Bor Ni-B zählen, um die Formgebung des Draht durch Strecken und Drahtziehen und Walzen zu erleichtern, und dadurch, dass nach dem Drahtziehen oder nach dem Walzen oder nach einem anschließenden Vorgang des Kalandrierens oder Aufwindens oder Ringens der Draht durch Ätzen von seiner Schicht aus dem duktilen Material befreit wird.

13. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Draht nach dem Drahtziehen flachgewalzt wird, bevor die eigentliche Feder durch Kalandrieren oder Aufwinden oder Drehen in Ringform hergestellt wird.

5 14. Verfahren zum Herstellen einer Spiralfeder nach Anspruch 12 oder 13, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Oberflächenschicht aus duktilem Material derart aufgebracht wird, dass sie eine Feder bildet, deren Steigung konstant ist und kein Vielfaches der Klingendicke ist.

10 **Claims**

1. Method for manufacturing a spiral timepiece spring, **characterized in that** the following steps are implemented in succession:

- 15 - producing a blank from a binary alloy containing niobium and titanium, and which contains:
- niobium: the remainder to 100%;
 - a proportion by mass of titanium greater than or equal to 60.0% of the total and less than or equal to 85.0% of the total,
- 20 - traces of other components from among O, H, C, Fe, Ta, N, Ni, Si, Cu, Al, each of said trace components being comprised between 0 and 1600 ppm by mass of the total, and the sum of said traces being less than or equal to 0.3% by mass;
- performing a treatment cycle including a prior beta quenching treatment at a given diameter, such that the entire structure of the alloy is beta, then applying to said alloy a succession of the pairs of deformation/precipitation heat treatment sequences, comprising the application of deformations alternating with heat treatments until a two-phase microstructure is obtained comprising a solid solution of niobium with β -phase titanium and a solid solution of niobium with α -phase titanium, the α -phase titanium content being greater than 10% by volume, with an elastic limit higher than or equal to 1000 MPa, and a modulus of elasticity higher than 60 GPa and less than or equal to 80 GPa;
 - wire drawing to obtain a wire of round cross-section, and flat rolling compatible with the entry cross-section of a roller press or of a winder arbor or with insertion in a ring;
 - forming coils in the shape of a treble clef to form a mainspring prior to its first winding, or winding to form a balance spring, or insertion in a ring and heat treatment to form a mainspring.

35 2. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 1, **characterized in that** a last heat treatment is performed on the spring that has been calendered or inserted in a ring or wound.

40 3. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 1 or 2, **characterized in that** said alloy is subjected to pairs of deformation/precipitation heat treatment sequences, comprising the application of deformations alternating with heat treatments, until a two-phase microstructure is obtained comprising a solid solution of niobium with β -phase titanium and a solid solution of niobium with α -phase titanium, the α -phase titanium content being greater than 10% by volume, with an elastic limit greater than or equal to 2000 MPa, the treatment cycle including a prior beta quenching treatment at a given diameter, such that the entire structure of the alloy is beta, then a succession of said pairs of deformation/precipitation heat treatment sequences, wherein each deformation is performed with a given deformation rate comprised between 1 and 5, the overall accumulation of deformations over the entire series of phases giving a total deformation rate comprised between 1 and 14, and which each time includes a precipitation heat treatment of the α -phase Ti.

50 4. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 3, **characterized in that** said beta-quenching is a solution treatment, with a duration comprised between 5 minutes and 2 hours at a temperature comprised between 700°C and 1000°C, under vacuum, followed by gas cooling.

55 5. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 4, **characterized in that** said beta-quenching is a solution treatment, with 1 hour at 800°C, under vacuum, followed by gas cooling.

6. Method for manufacturing a spiral spring according to any of claims 1 to 5, **characterized in that** each pair of deformation/precipitation heat treatment sequences includes a precipitation treatment with a duration comprised

EP 3 671 359 B1

between 1 hour and 80 hours at a temperature comprised between 350°C and 700°C.

- 5
7. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 6, **characterized in that** each pair of deformation/precipitation heat treatment sequences includes a precipitation treatment with a duration comprised between 1 hour and 10 hours at a temperature comprised between 380°C and 650°C.
- 10
8. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 7, **characterized in that** each pair of deformation/precipitation heat treatment sequences includes a precipitation treatment with a duration of between 1 hour and 12 hours at 450°C.
- 15
9. Method for manufacturing a spiral spring according to any of claims 1 to 8, **characterized in that** said method includes between one and five of said pairs of deformation/precipitation heat treatment sequences.
- 20
10. Method for manufacturing a spiral spring according to any of claims 1 to 9, **characterized in that** said first pair of deformation/precipitation heat treatment sequences includes a first deformation with an at least 30% reduction in cross-section.
- 25
11. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 10, **characterized in that** each said pair of deformation/precipitation heat treatment sequences, apart from the first, includes one deformation between two precipitation heat treatments with at least a 25% reduction in cross-section.
- 30
12. Method for manufacturing a spiral spring according to any of claims 1 to 11, **characterized in that**, after producing said alloy blank, and prior to said wire drawing, a surface layer of ductile material is added to said blank, chosen from among copper, nickel, cupronickel, cupro manganese, gold, silver, nickel-phosphorus Ni-P and nickel-boron Ni-B, or similar, to facilitate shaping of the wire by drawing, wire drawing and unformed rolling, and **in that**, after said wire drawing, or after said unformed rolling, or after a subsequent calendaring or winding or insertion in a ring operation, said layer of ductile material is removed from said wire by etching.
- 35
13. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 12, **characterized in that**, after said wire drawing, said wire is rolled flat, before the actual spring is produced by calendaring or winding or insertion in a ring.
- 40
- 45
- 50
- 55
14. Method for manufacturing a spiral spring according to claim 12 or 13, **characterized in that** said surface layer of ductile material is deposited to form a spring whose pitch is constant and is not a multiple of the thickness of the strip.

Fig. 1

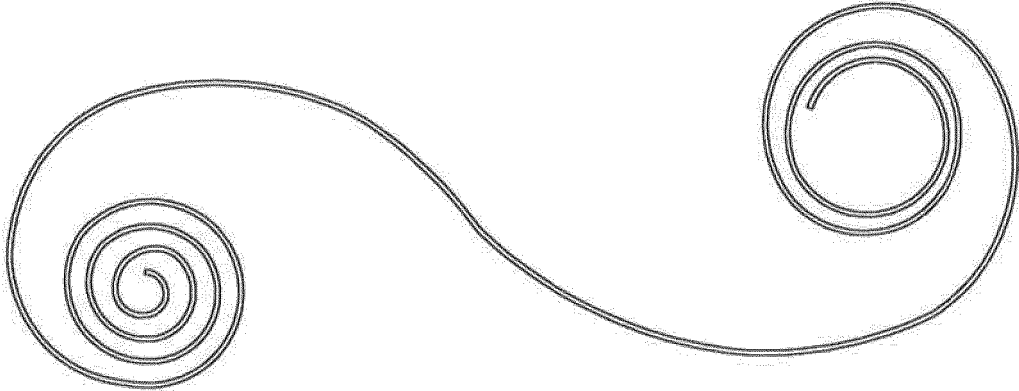


Fig. 2

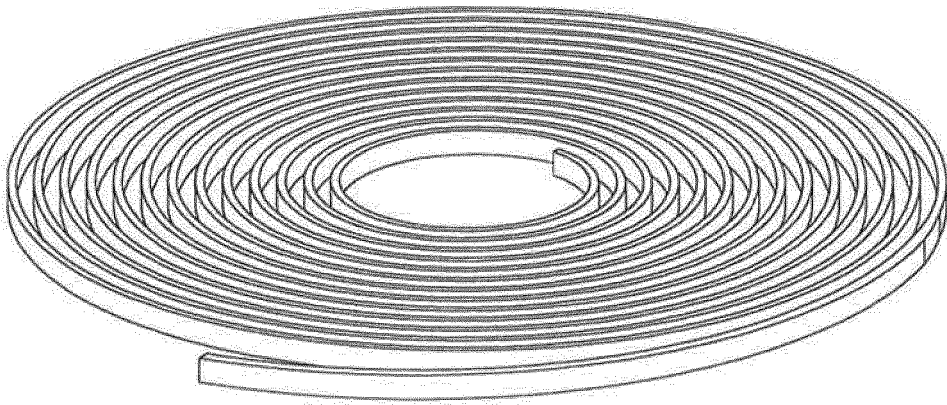
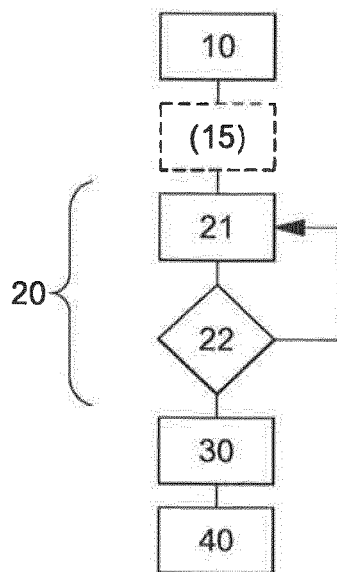


Fig. 3



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

- FR 3064281 A1 [0005]