

2 à 4. CARACTÉRISTIQUES DES PRINCIPAUX MATÉRIAUX POUR TUBES ÉLECTRONIQUES

2. MATÉRIAUX CONDUCTEURS POUR TUBES ÉLECTRONIQUES

2,01. Aciers inoxydables austénitiques Fe-Ni-Cr.

2,011. Généralités. — Il s'agit d'aciers spéciaux, caractérisés par la présence de chrome et de nickel, ce qui, selon la teneur en ces deux métaux particuliers, les fait couramment nommer 18-8 ou 18-12, etc. ; les références commerciales peuvent être NS 22 S, Telphy, acier 302, acier 303, acier 304, acier 305, acier 310, acier 316, acier 317, acier 321, acier 347, Tophet 302, Tophet 304, etc. (cf vol. MÉTALLURGIE et plus spécialement l'article M 320 *Aciers inoxydables*).

2,012. Composition chimique (en %).

Chrome	18 à 20
Nickel	8 à 12
Manganèse	≤ 2
Silicium	≤ 1
Cuivre	≤ 0,2
Carbone	< 0,15 (il existe des alliages, par exemple, 304 L et NS 22 S dont la teneur en carbone est garantie ≤ 0,03 %)
Fer	le reste.

Certains aciers inoxydables contiennent jusqu'à 4 % de molybdène (cf § 2,013). L'acier type 303 doit être proscrit pour la réalisation de pièces internes des tubes électroniques, car il contient un minimum de 0,15 % de soufre.

2,013. Propriétés chimiques particulières. — Les aciers inoxydables résistent bien à l'oxydation ; de plus, ceux qui contiennent du molybdène résistent bien à l'action du chlore. L'exposition à l'action du soufre en atmosphère réductrice peut fragiliser le métal.

2,014. Propriétés physiques. — A l'état adouci, les aciers inoxydables sont *amagnétiques* (perméabilité comprise entre 1,008 et 1,08). La perméabilité est plus élevée avec un métal écroui du fait de l'apparition d'une phase ferritique dans l'austénite de base.

La plupart des aciers inoxydables ne sont pas sujets au durcissement structural ; seul un écrouissage peut les durcir.

Le tableau V donne les caractéristiques physiques de trois alliages particuliers.

2,015. Usinage et mise en forme. — Les aciers inoxydables se forgent, s'emboutissent, se tournent et se fraisent, se soudent par points aisément.

Le forgeage doit s'effectuer entre 900 et 1 200 °C. Il est souhaitable d'adoucir les pièces forgées comme indiqué au § 2,016.

L'emboutissage peut s'effectuer à froid ou à chaud. Lorsque l'accroissement d'écrouissage rend nécessaire un recuit d'adoucissement, ce dernier doit être effectué comme il est conseillé au § 2,016.

Le tournage et le fraisage doivent de préférence s'effectuer à sec pour éviter la contamination du métal par les lubrifiants. Les outils en acier rapide conviennent bien, ainsi que les outils en carbure.

Les passes de *dégrossissage* peuvent avoir une profondeur de 4 mm avec une avance de 0,5 mm/tr et une vitesse de 10 m/mn ; pour la finition, la profondeur de passe sera ramenée à 0,5 mm et l'avance à 0,1 mm/tr ; la vitesse sera doublée.

2,016. Traitements thermiques. — Les aciers inoxydables écrouis peuvent être adoucis dans les conditions suivantes : température comprise entre 980 et 1 050 °C, refroidissement rapide (hypertrempe).

Le refroidissement peut s'effectuer à l'air pour les pièces peu massives (épaisseur inférieure à 3 mm par exemple), dans l'eau pour

Tableau V. — Trois aciers inoxydables : acier 304, NS 22 S, Telphy.

Caractéristiques	Acier 304 (18 % Cr - 8 % Ni)	NS 22 S (18 % Cr - 10 % Ni)	Telphy (18 % Cr - 12 % Ni)
Densité	7,9	7,9	7,9
Température de fusion	1 499	1 450	1 480
Chaleur massique à 20 °C	0,12	0,12	0,118
Conductivité thermique	0,04	0,038	0,039
Conductivité thermique en fonction de la température	cf Form. E 228		
Coefficient de dilatation linéaire moyen de 0 à 100 °C	15,4.10 ⁻⁶	17,3.10 ⁻⁶	16,5.10 ⁻⁶
Allongement thermique en fonction de la température	cf Form. E 228		
Résistivité électrique à 20 °C	72,5	70	78
Coefficient de température de la résistivité électrique	9,4.10 ⁻⁴		
Résistivité électrique en fonction de la température	entre 20 et 500 °C		
Tension de vapeur en fonction de la température	cf Form. E 228		
<i>Caractéristiques mécaniques à l'état adouci (hypertrempe) à 20 °C :</i>			
● dureté Brinell	130 à 150	140	
● charge de rupture à la traction	49 à 67	50 à 65	60 à 70
● charge à la limite élastique	17 à 30	17	25 à 35
● charge de rupture en fonction de la température	cf Form. E 228		
● allongement à la rupture	50 à 65	50	35 à 45
● module d'élasticité	20 400	19 000	20 000
<i>Caractéristiques mécaniques à l'état écroui à 20 °C :</i>			
● dureté Brinell	300 à 330		
● charge de rupture à la traction	126	130	85 à 95
● charge à la limite élastique	105	120	
● allongement à la rupture	10	5	10

les pièces plus grosses. Si une structure hypereffortée à grains fins est nécessaire, le métal doit se refroidir depuis sa température de recuit jusqu'au-dessous de 700 °C en moins de 3 mn.

L'emploi de pièces en acier inoxydable à l'intérieur des tubes électroniques nécessite, avant montage, un recuit de propreté qui doit être effectué sous hydrogène épuré très sec (point de rosée ≤ -50 °C) ou sous bon vide. Le dégazage des pièces à parois minces s'effectue facilement vers 1 000 °C pendant 15 à 30 mn.

2,017. Traitements de nettoyage chimique. — Les traitements d'hypereffortée effectués en atmosphère oxydante forment une couche d'oxydes à la surface du métal traité, qui peut être éliminée par passage dans le bain suivant :

acide nitrique à 52,8 % (36 °Baumé)	500 cm ³
acide fluorhydrique à 65 %	100 cm ³
eau	400 cm ³

Le bain sera maintenu à 50 °C, la durée du traitement dépend de l'épaisseur de la couche oxydée et peut varier de 5 mn à 30 mn.

2,018. Méthodes de scellement. — Le brasage des aciers inoxydables doit avoir lieu sous bon vide ou sous hydrogène épuré très sec. Les alliages de brasure contenant du phosphore doivent être évités, car ils ont une action fragilisante ; par contre, les alliages à base de cuivre et le cuivre lui-même conviennent bien.

Les aciers inoxydables peuvent se souder à eux-mêmes et à d'autres métaux par les procédés d'argon-arc et de bombardement électronique (cf Form. E 228).

2,019. Formes et dimensions commercialisées.

Billettes	ϕ 40 à 250 mm.
Barres	ϕ 10 à 150 mm.
Fil machine	ϕ 5 à 8 mm.
Fil jusqu'à	ϕ 30 μ .

Tubes sans soudure, épaisseur 1 à 5 mm, diamètre extérieur 10 à 100 mm.

Tôles laminées à chaud : épaisseur 3 à 25 mm, largeur maximale 200 mm, longueur 5 000 mm.

Tôles et bandes laminées à froid, épaisseur 0,1 à 4 mm ; la largeur, qui augmente avec l'épaisseur, peut atteindre 1 400 mm pour l'épaisseur de 4 mm.

2,0199. Prix approximatif. — Les prix dépendent fortement de la forme du métal et des tolérances dimensionnelles. En 1967, les prix moyens pouvaient aller de 17 à 25 F le kg.

2,02. Antimoine.

Cf vol. MÉTALLURGIE en M 2 310 *Métallurgie de l'antimoine.*

2,021. Propriétés physiques.

- Structure cristalline : rhomboédrique
- Paramètre du cristal : 0,4506 nm (4,506 Å)
- Densité : 6,62
- Température de fusion : 630,5 °C
- Coefficient de dilatation : $8,5 \cdot 10^{-6}$ à $10,8 \cdot 10^{-6}$ suivant l'orientation des cristaux dans le matériau polycristallin
- Conductivité thermique : $0,045 \text{ cal.cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$
- Résistivité électrique : $39 \mu\Omega \cdot \text{cm}$
- Dureté Brinell : 30 à 58
- Charge de rupture à la traction : 1,1 hbar
- Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228.

2,022. Utilisations. — L'antimoine est utilisé dans la réalisation de couches minces pour cathodes photoélectriques (§ 1,322) ; le métal est évaporé sous vide à partir d'un support chauffé (four ou filament en tungstène par exemple) pour être condensé sur le support de cathode.

2,03. Argent.

Ce métal est principalement utilisé comme brasure, soit pur, soit allié. Quelques propriétés particulières à cet emploi sont résumées § 2,05.

Il faut se défier de sa tension de vapeur relativement élevée (cf Form. E 228) qui peut être à l'origine d'évaporation, puis de condensation parasites. Toutefois, cette propriété est mise à profit pour obtenir des couches conductrices minces, en particulier pour la réalisation de cathodes photoélectriques (§ 1,322).

2,04. Alliages d'argent.

2,041. Argent-bismuth. — L'alliage à 6 % de bismuth est employé exclusivement pour la fabrication de photocathodes panchromatiques. Température de fusion : 917 °C.

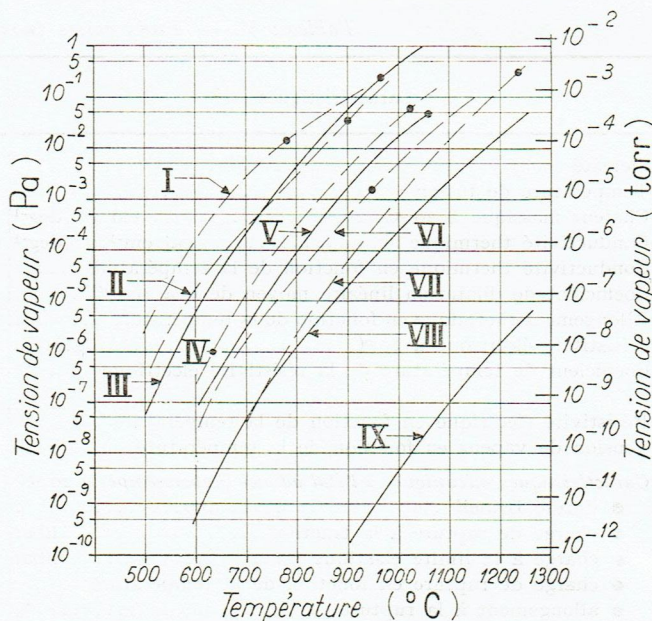
2,042. Argent-magnésium. — L'alliage utilisé pour la réalisation de cathodes à émission secondaire contient généralement 2 % de magnésium. Température de fusion : 815 °C.

2,043. Alliages argent-cuivre et argent-cuivre-palladium. — Ces alliages sont employés exclusivement comme brasures (§ 2,05). Le plus courant est l'eutectique cuivre-argent. L'addition de faibles quantités de palladium favorise le mouillage de la brasure sur certains métaux à braser.

2,05. Brasures.

2,051. Caractéristiques. — Il existe plusieurs centaines de brasures et il est impossible de les mentionner toutes ici.

Celles d'entre elles qui seront en contact avec le vide interne d'un tube électronique doivent, autant que possible, être exemptes de matières volatiles (zinc, cadmium, plomb), et de matières ca-



- I eutectique Cu/Ag
- II Au/Cu/Ag 750°/100
- III Ag
- IV Au/Cu 375°/100 et Au/Cu/Ni 350°/100
- V Au
- VI eutectique Au/Ni
- VII Au/Pd 920°/100
- VIII Pd
- IX Pt
- Liquidus

Les compositions des alliages sont indiquées dans le tabl. VI (p. 3).
Fig. 12. — Pression de vapeur de quelques brasures en fonction de la température.

Tableau VI. — Quelques brasures usuelles.

Métal ou alliage	Composition ‰	Températures		Coefficient de dilatation par degré (de 20 à 300 °C)	Résistivité électrique à 20 °C μΩ.cm	Allongement à la rupture (état recuit) %	Dureté Vickers (état recuit)	Assemblages
		Solidus °C	Liquidus °C					
Platine	999 Pt min	1 774	1 774	92 × 10 ⁻⁷	10,6	25 à 40	38	Mo-W
Palladium	999 Pd min	1 554	1 554	119 × 10 ⁻⁷	10,8	20 à 25	38	Mo-W
Nickel	995 Ni min	1 455	1 455	146 × 10 ⁻⁷	6,84	30 à 50	65	Mo-W
Or-palladium 920 ‰	Au920-Pd80	1 190	1 240	Fenico-Mo-W-Ni-Inox
Nickel-palladium	Ni400-Pd600	1 238	1 238	Fenico-Inox
Cuivre-nickel 750 ‰	Cu750-Ni250	1 150	1 205	137 × 10 ⁻⁷	21,7	30	224	Mo-W-Fenico
Cuivre OFHC	999 Cu min	1 083	1 083	103,5 × 10 ⁻⁷	27	27	Fenico-Ni-Monel-Acier
Or	999 Au min	1 063	1 063	146 × 10 ⁻⁷	2,35	30 à 45	Cu-Fenico
Or-cuivre-nickel 350 ‰	Au350-Cu620-Ni30	980	1 030	Cu-Fenico-Ta-Inox-Mo
Or-cuivre 375 ‰	Au375-Cu625	950	990	1,88	3	Ni-Cu-Fenico-Monel
Argent	999 Ag min	960	960	197 × 10 ⁻⁷	1,59	50 à 55	Fenico-Ni
Eutectique or-nickel	Au825-Ni175	950	950	29,2	5	245	Cu-Fenico-Ni-W-Mo
Eutectique or-cuivre	Au800-Cu200	890	890	14,2	17	250	Fenico-Cu
Or-cuivre-argent 750 ‰	Au750-Cu200-Ag50	885	895	12,56	2	Cu-Fenico-Ni
Argent-cuivre 500 ‰	Ag500-Cu500	780	860	20	11	Fenico
Argent-cuivre-palladium 720 ‰	Ag720-Cu230-Pd50	807	810	188 × 10 ⁻⁷	3,9	23	90	Cu-Fenico-Ni
Argent-cuivre-palladium 685 ‰	Ag685-Cu265-Pd50	807	810	3,25	6	Cu-Fenico
Eutectique argent-cuivre	Ag720-Cu280	779	779	2,5	30	70	Cu-Fenico-Ni
Argent-cuivre-indium 630 ‰	Ag630-Cu270-In100	685	710	Cu-Ti
Argent-cuivre-indium 610 ‰	Ag610-Cu240-In150	630	685	Cu-Ti

pables d'empoisonner l'émission électronique (sulfures, chlorures, phosphures, etc.).

A titre d'exemple, la teneur en cadmium ne devrait pas dépasser 0,001 %, le zinc 0,001 %, le plomb 0,002 %, le total des impuretés ne dépassant pas 0,05 %.

Une brasure de bonne qualité devra contenir le moins possible de gaz et de crasses, les uns et les autres pouvant être à l'origine d'hétérogénéités dans les joints réalisés ; le carbone, générateur de crasses, ne doit pas excéder 0,03 %.

Le tableau VI indique les caractéristiques importantes de quelques brasures usuelles, la pression de vapeur étant donnée par les courbes de la figure 12.

Enfin, la variation des liquidus des alliages or-cuivre, cuivre-argent, indium-or, indium-étain, cuivre-germanium est figurée par les courbes de la figure 13 en fonction du pourcentage des constituants.

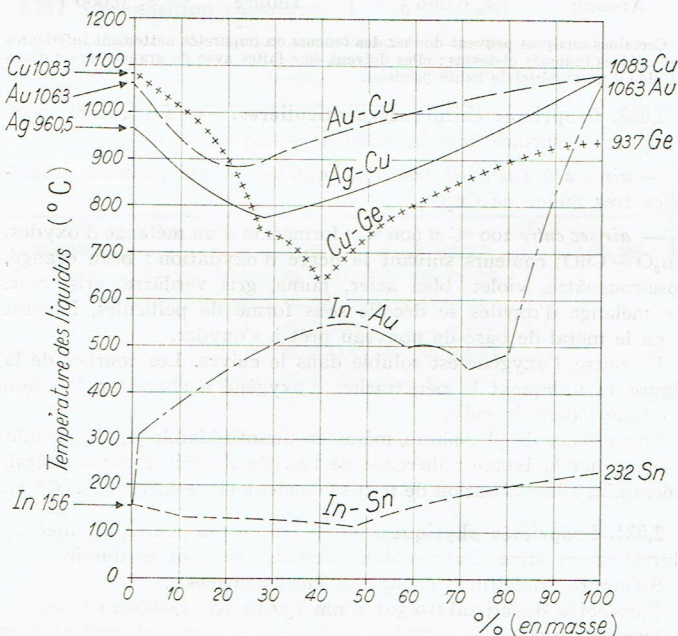


Fig. 13. — Variation des liquidus de quelques alliages en fonction du pourcentage (en masse) des constituants.

Il est nécessaire de conserver les brasures dans un état de pureté extrême, car toute pollution de surface risque de former, lors de la fusion, une peau qui empêchera un bon mouillage sur les pièces à sceller.

Il sera souvent utile de recuire les brasures avant l'emploi sous atmosphère protectrice (vide ou hydrogène) et à une température inférieure d'environ 100 °C à celle du solidus. Ce recuit facilitera une mise en forme éventuelle (traitement d'adoucissement) tout en extrayant une partie des gaz occlus.

2,052. Prix. — Le prix des brasures dépend essentiellement de leur teneur en métaux précieux. Ainsi, en 1967, l'alliage eutectique Cu-Ag coûte 2 F/g alors que les alliages Au-Cu coûtent 2,60 F/g (375 ‰ d'or) et 5,60 F/g (825 ‰ d'or).

2,06. Césium.

2,061. Utilisations.

2,0611. Éléments de cathode pour cellule photosensible (§ 1,322) : le césium peut être introduit dans l'atmosphère de la cellule photosensible à partir des deux formes commercialisées.

L'introduction doit s'effectuer lors du pompage de la cellule et le césium se combine aux autres métaux formant la couche photosensible (antimoine, argent-bismuth ou argent seul).

2,0612. Convertisseur d'énergie thermique en énergie électrique : cette utilisation met à profit la facilité d'ionisation du césium. Là encore, les deux formes commercialisées du césium sont utilisées (cf § 2,064).

2,062. Propriétés physiques.

Structure cristalline : cubique centré
 Paramètre du cristal : 0,606 nm (6,06 Å)
 Densité : 1,87
 Température de fusion : 28 °C ; température d'ébullition : 685 °C
 Chaleur massique : 0,052 cal.g⁻¹.deg⁻¹
 Chaleur de fusion : 3,8 cal.g⁻¹
 Coefficient de dilatation thermique à 20 °C : 97.10⁻⁶
 Résistivité électrique : 18,83 μΩ.cm
 Potentiel d'ionisation : 3,87 eV (c'est l'élément le plus facilement ionisable).

Tension de vapeur en fonction de la température... cf Form. E 228

2,063. Propriétés chimiques particulières. — Le césium réagit spontanément avec l'air et avec l'eau, ce qui nécessite, pour conserver son état de pureté, son maintien en atmosphère inerte ; c'est un getter efficace. Certains de ses composés, à partir desquels il peut être préparé, sont stables dans l'air : parmi eux, le chlorure de césium : CsCl et le carbonate de césium : Cs₂CO₃.

La vapeur de césium attaque la phase vitreuse des céramiques à base d'alumine, mais non l'alumine pure et le saphir.

2,064. Formes commercialisées. — Le césium utilisé dans l'électronique peut être fourni à l'état solide enfermé sous vide dans des récipients étanches munis d'un robinet, ou bien dans des ampoules de verre munies d'un queusot scellé.

Pour faire passer le césium dans le tube électronique où il doit être introduit, il suffit de mettre en communication, sans entrée de gaz étranger, le tube préalablement pompé et le réservoir contenant le césium, puis de chauffer légèrement ce dernier. Le césium s'évapore partiellement et peut ainsi passer d'une enceinte dans l'autre.

Il existe d'autre part des générateurs de césium constitués par des capsules métalliques contenant un sel de césium (par exemple du chromate de césium Cs_2CrO_4) mélangé à un produit réducteur : aluminium, magnésium, silicium, titane ou zirconium. Ces capsules, de préférence conservées en atmosphère neutre, peuvent cependant être exposées à l'air. Un chauffage sous vide, à la température d'amorçage de la réaction chimique qui décompose le sel, libère le césium.

Les capsules peuvent être placées dans les enceintes de tubes électroniques dès le montage.

2,065. Prix approximatif. — En 1967, 15 F/g.

2,07. Copper-clad : Dumet.

2,071. Généralités. — Le *copper-clad* est un assemblage métallique se présentant sous forme de tiges capables de servir de passages pour des enceintes en verres tendres. Son intérêt est de posséder un coefficient de dilatation thermique radial bien accordé à celui des verres tendres (cristal), bien que constitué de métaux ayant des coefficients de dilatation l'un trop faible, l'autre trop fort.

2,072. Composition. — Le copper-clad est constitué par une âme en ferro-nickel à 42 ou 43 % de Ni recouverte d'une gaine en cuivre.

Il y a trois procédés principaux pour élaborer le copper-clad :
 — l'âme est enrobée d'abord de laiton, puis de cuivre ; le laiton est porté à sa température de fusion et assure la liaison âme/cuivre ; l'ensemble est ensuite tréfilé ;
 — l'âme est revêtue de cuivre électrolytiquement ;
 — dans le dernier procédé, le cuivre est plaqué directement sur l'âme.
 Les deux derniers procédés, n'utilisant pas de laiton, donnent un métal totalement exempt de zinc. Le poids de cuivre est compris entre 20 et 25 % du poids total.

Le copper-clad passe ensuite dans une solution de borate de sodium, puis est scellé dans une mince gaine de verre (pré-enrobage). Il est alors prêt à l'emploi.

Le copper-clad doit être de préférence stocké en atmosphère sèche.

2,073. Propriétés physiques.

2,0731. Dilatations thermiques: du fait de sa grande plasticité, le cuivre du copper-clad suit les dilatations du ferro-nickel ;

dans le *sens radial*, la dilatation de l'ensemble est sensiblement égale à la somme des dilatations de l'âme et de la gaine ;

dans le *sens longitudinal*, il y a une compression du cuivre par le ferro-nickel (avec, par réaction, extension du ferro-nickel par le cuivre) ;

la *dilatation résultante* est intermédiaire entre celle du cuivre et celle du ferro-nickel.

Coefficient de dilatation radial à 20 °C : $80 \cdot 10^{-7}$; à 300 °C : $100 \cdot 10^{-7}$.

Coefficient de dilatation longitudinal à 20 °C : $61 \cdot 10^{-7}$; à 300 °C : $65 \cdot 10^{-7}$.

2,0732. Autres propriétés.

Conductivité thermique : $0,4 \text{ cal.cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$.

Résistivité électrique : $4,6 \mu\Omega \cdot \text{cm}$.

A remarquer qu'un fil copper-clad de diamètre 0,8 mm peut laisser passer un courant de 20 A sans échauffement excessif.

2,074. Utilisation. — Pour sceller le copper-clad dans la fabrication des enceintes de tubes électroniques, le verre de celles-ci est fondu localement autour du passage pré-enrobé (§ 2,072). La couleur normale du scellement est un rouge légèrement teinté de mauve. Une surchauffe du verre lors du scellement fera virer la teinte à l'orange ou même au jaune paille.

2,075. Dimensions commercialisées. — Le diamètre du copper-clad peut aller jusqu'à 1 mm, mais les dimensions les plus courantes vont de 0,3 à 0,5 mm.

Pour la fabrication des pieds de tubes *miniature*, le copper-clad peut être fourni coupé à longueur avec une de ses extrémités soudée à la broche du passage et l'autre à une courte connexion sur laquelle seront raccordées les électrodes du tube.

2,076. Prix. — Suivant les fournisseurs et la qualité, le prix du copper-clad varie en 1967 de 50 à 70 F/kg.

2,08. Cuivre.

2,081. Généralités. — Parmi les différents types de cuivre qui existent, seuls quelques-uns sont utilisés pour la construction de tubes électroniques ; le plus connu est le cuivre OFHC (Oxygen Free High Conductivity). Ces cuivres sélectionnés ont en commun les points suivants :

— conductivité électrique élevée ($> 102 \%$ International Annealed Copper Standard) ;

— absence d'oxydure Cu_2O qui, chauffé dans l'hydrogène, se réduirait laissant des porosités, tandis que, simultanément, la vapeur d'eau formée disloquerait la structure cristalline, d'où la formation d'un métal fragile et poreux ;

— absence de produit volatil ou de produit nocif pour l'émission électronique.

2,082. Composition chimique d'un cuivre pour électronique (en %).

Cuivre	$> 99,96$	Etain	$\leq 0,0015$
Phosphore	$\leq 0,0003$	Bismuth	$\leq 0,0002$
Mercuré	$\leq 0,0001$	Nickel	$\leq 0,001$
Soufre	$\leq 0,004$	Sélénium	$\leq 0,0005$
Zinc	$\leq 0,001$	Argent	$\leq 0,0005$
Plomb	$\leq 0,0001$	Carbone	$\leq 0,001$
Fer	$\leq 0,0005$	Tellure	$\leq 0,0001$
Arsenic	$\leq 0,0005$		

Certaines analyses peuvent donner des teneurs en impuretés nettement inférieures aux chiffres indiqués ci-dessus ; elles doivent être faites avec de grandes précautions à l'aide d'un matériel de haute précision.

2,083. Propriétés chimiques particulières. — Le cuivre peut s'oxyder en surface dans les conditions suivantes :

— *air sec à partir de 100 °C* : formation d'une pellicule protectrice très mince de Cu_2O ;

— *air sec entre 200 °C et 600 °C* : formation d'un mélange d'oxydes, $Cu_2O + CuO$; couleurs suivant le degré d'oxydation : brun orangé, rose-rougeâtre, violet, bleu acier, jaune, gris verdâtre, gris, noir. Ce mélange d'oxydes se décolle sous forme de pellicules, laissant à nu le métal de base de nouveau prêt à s'oxyder.

En outre, l'oxygène est soluble dans le cuivre. Les courbes de la figure 14 indiquent la pénétration d'oxygène à chaud en fonction du temps dans le cuivre.

La présence de phosphore, même en quantité faible (0,02 %), suffit à empêcher la bonne adhérence de l'oxyde de cuivre sur le métal, nécessaire à la réalisation de tout scellement verre-cuivre (§ 2,088 1).

2,084. Propriétés physiques. — Le cuivre pur n'est pas sujet au durcissement structural ; seul un écrouissage peut le durcir.

Structure cristalline : cubique à faces centrées

Paramètre du cristal : $0,3614 \text{ nm}$ ($3,614 \text{ \AA}$)

Densité : 8,96

Température de fusion : 1083 °C

Chaleur de fusion : $50,6 \text{ cal.g}^{-1}$

Conductivité thermique à 20 °C : $0,94 \text{ cal.cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$

Conductivité thermique en fonction de la température :

cf Form. E 228

Chaleur massique à 20 °C : $0,092 \text{ cal.g}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$

Coefficient de dilatation à 20 °C : $165 \cdot 10^{-7}$
 Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228
 Résistivité électrique : $1,673 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ (à l'état recuit)
 Coefficient de température de la résistivité électrique à 20 °C : $68 \cdot 10^{-4}$
 Résistivité électrique en fonction de la température : cf Form. E 228
 Potentiel de sortie : 4,46 eV
 Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228
 Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

● **Caractéristiques mécaniques à l'état recuit :**
 Dureté Brinell : 27 à 30
 Charge de rupture à la traction : 22,4 hbar
 Charge de rupture à l'état adouci en fonction de la température : cf Form. E 228
 Charge à la limite élastique : 2 hbar
 Allongement à la rupture : 40 %
 Module d'élasticité : 11 340 hbar
 Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

● **Caractéristiques mécaniques à l'état écroui :**
 Dureté Brinell : 100 à 110 (peut atteindre 160 : § 8,1)
 Charge de rupture à la traction : 34 à 39 hbar
 Charge à la limite élastique : 32 hbar
 Allongement à la rupture : 3 %
 Module d'élasticité : 12 270 hbar.

2,085. Usinage et mise en forme. — Le cuivre OFHC peut être mis en forme par *hobbing* (§ 8,1), par pliage, découpe, emboutissage, etc.

Il est difficile à tourner et à fraiser du fait de sa grande plasticité. Il sera préférable d'usiner le cuivre à l'état écroui à grain fin ; si un recuit est nécessaire avant une passe de finition, ne pas dépasser la température de 600 °C pour éviter le grossissement du grain. Les outils en carbure conviennent bien. Les passes de dégrossissage peuvent avoir une profondeur de 4 mm à 6 mm pour une vitesse de 100 m/mn ; pour la finition, la profondeur de passe sera choisie entre 0,5 et 1 mm, et la vitesse sera augmentée de 20 % environ. Le forgeage doit s'effectuer à chaud entre 800 et 850 °C ; la mise en température doit de préférence être effectuée en atmosphère réductrice ou neutre. Après forgeage, il est nécessaire d'écrouter la surface pour éliminer la partie oxydée. La profondeur d'écrouissage dépend de la durée d'exposition en atmosphère oxydante et doit être supérieure à la profondeur de pénétration de l'oxygène (fig. 14).

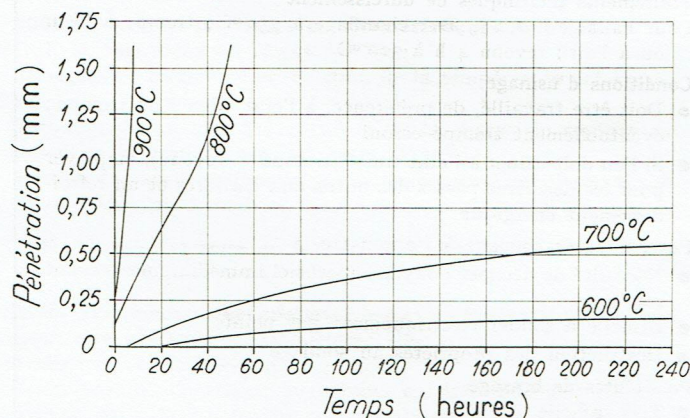


Fig. 14. — Pénétration de l'oxygène dans le cuivre OFHC en fonction du temps et de la température.

2,086. Traitements thermiques.

Recuit de stabilisation avant usinage de finition : 600 °C - 1/2 h - sous vide ou sous hydrogène (puisque'il s'agit de cuivre OFHC) ; ne pas dépasser cette température pour éviter le grossissement du grain.
Recuit entre passes d'emboutissage : 650 °C - 1/2 h - sous vide.
Dégazage avant brasage à l'Ag-Cu eutectique : 850 °C - 1/2 h - sous vide ou sous hydrogène ; augmenter cette température si la

brasure utilisée fond à une température supérieure à l'Ag-Cu eutectique.

Cas des pièces minces et de cotes précises : recuit en montage pour éviter les déformations ; augmenter éventuellement la température si nécessaire pour faire disparaître les contraintes par fluage du métal dans le montage.

2,087. Traitements de nettoyage chimique. — Le bain suivant décape et brillante le cuivre :

acide sulfurique à 95,95 % (66 °Baumé)...	300 cm ³
acide nitrique à 62 % (40 °Baumé)	150 cm ³
acide chlorhydrique	8 cm ³
sulfate de cuivre	7 g
eau désionisée	75 cm ³

Le cuivre ainsi décapé doit être ensuite passivé par trempe dans un bain composé comme suit :

acide sulfurique à 95,95 % (66 °Baumé)...	52 cm ³
acide chromique cristallisé	130 g
eau désionisée	930 cm ³

2,088. Méthodes de scellement, de soudage et de brasage.

2,0881. Scellement au verre : le cuivre doit tout d'abord être revêtu d'une mince couche d'oxyde adhérent, soit par passage dans une solution de borate de sodium, soit par chauffage dans la flamme d'un bec Bunsen, suivi d'une trempe dans de l'alcool éthylique, soit, mieux, par passage dans un four à atmosphère de CO₂ vers 700 °C, suivi d'un refroidissement dans l'air.

Il peut ensuite être scellé directement au verre (cf art. *Le verre en électronique* en E 290).

2,0882. Soudage : le cuivre se soude électriquement par points, difficilement à lui-même du fait de ses conductivités électrique et thermique élevées, mais un peu mieux à d'autres matériaux (§ 9,2). Il se soude bien à lui-même et à d'autres métaux par les procédés à l'argon-arc et de bombardement électronique (§ 9,3).

2,0883. Brasage : le cuivre se brase très aisément, mais se défier de la formation d'eutectiques ou d'alliages à point de fusion minimal (§ 9,1).

2,089. Formes commercialisées. — Le cuivre se trouve sous de nombreuses formes : billettes brutes de coulée jusqu'à 30 cm de diamètre, planches d'épaisseur maximale 45 mm, barres étirées de diamètre maximal 50 mm, tubes, couronnes, fils, etc.

2,0899. Prix. — Le prix du cuivre (OFHC en particulier) fluctue considérablement. Dans l'année 1967, il est passé de 20 F/kg à 30 F/kg.

2,09. Alliages de cuivre faiblement alliés.

Ces alliages sont élaborés pour conférer au cuivre des qualités mécaniques améliorées : cuivre à l'argent, cuivre au béryllium, cuivre au chrome, cuivre au tellure, cuivre au zirconium. Les deux premiers sont les plus utilisés (tabl. VII et VIII, p. 6) ; le cuivre, base de ces alliages, est de préférence OFHC.

2,10. Alliages cupro-nickels.

2,101. Généralités. — Ces alliages, très utilisés, sont plus rigides et plus solides que le cuivre, et présentent peu de difficultés de dégazage ou d'évaporation sous vide à chaud ; ils résistent bien à la corrosion en atmosphère saline. Leur usinage est plus aisé que celui du cuivre.

A noter que ces alliages, dans leur qualité *électronique*, doivent être exempts de zinc, plomb et étain, métaux que l'on trouve couramment dans les qualités normalement commercialisées.

Tableau VII. — Cuivre à l'argent.

Le durcissement ne peut être obtenu que par écrouissage.

Composition

Ag : 0,08 % en moyenne (0,03 % < Ag < 0,1 %) ; exceptionnellement 1 %

Cu : le reste

Avantages

- Hautes conductivités électrique et thermique
- Conserve ses propriétés mécaniques jusqu'à 350 °C
- Très bonne tenue au fluage jusqu'à 350 °C
- Très bonne aptitude au brasage

Inconvénients

- Tension de vapeur de l'Ag pouvant être gênante ou créer des dépôts dans les tubes électroniques
- Pas toujours étanche après passage sous H₂ sauf si le cuivre de base est OFHC
- Peu recommandable en soudure sous argon
- Usinage difficile

Propriétés mécaniques

Recuit :

- charge à la limite élastique 4,5 à 5 hbar
- charge de rupture à la traction 22,5 à 25 hbar

Ecroui à 85 % :

- charge à la limite élastique 46,2 hbar
- charge de rupture à la traction 46,4 hbar

Conductivité électrique

Recuit = 101 IACS (1,707 μΩ.cm)

Ecroui = 98 IACS (1,759 μΩ.cm)

Traitements thermiques d'adoucissement après écrouissage

Recristallisation : après écrouissage, température d'adoucissement 300 à 500 °C selon le degré d'écrouissage et le pourcentage d'Ag (pour Cu à 1 % Ag, température d'adoucissement 500 °C)

Fluage

La vitesse de fluage diminue dans les rapports de 3/1 à 6/1 suivant les charges, par rapport à celle du cuivre pur

Conditions d'usinage

Comme le cuivre pur, travailler de préférence à l'état écroui

Possibilités de soudage à l'argon-arc

Non recommandable à l'argon (volatilisation d'argent entraînant des porosités)

Possibilités de brasage

- Très facile ; à l'étain, pas de crainte de recristallisation ou d'adoucissement

- Excellent mouillage avec toute brasure à l'Ag

- Atmosphère réductrice impossible à utiliser si le cuivre de base n'est pas OFHC

Tableau VIII. — Cuivre au béryllium.

Alliage à durcissement structural (1).

Composition

Alliage le plus usuel : Be = 2,2 à 2,3 %

Parfois Co = 0,5 %

O₂ = absence totale

Autre variété d'alliage :

Be = 0,5 %

Co = 2,5 %

Le Co diminue la solubilité du Be, améliore la conductivité électrique et la résistance mécanique à haute température

Avantages

- Solidité mécanique élevée pour un alliage de Cu, liée à une conductivité électrique encore satisfaisante
- Très grande tenue à la corrosion saline, à l'usure, aux chocs

Inconvénients

- Prix assez élevé
- La plus faible conductivité des alliages de cuivre utilisés pour l'électronique
- Brasage et soudage par résistance délicats

Propriétés mécaniques

Trempe depuis 750 °C :

- charge à la limite élastique 30 hbar
- charge de rupture à la traction 55 hbar

Trempe + revenu de 1 h à 360 °C :

- charge à limite élastique 125 hbar
- charge de rupture à la traction 128 hbar

Trempe + revenu de 4 h à 310 °C :

- charge à limite élastique 148 hbar
- charge de rupture à la traction 150 hbar

Conductivité électrique

Pour l'alliage à 2,2 % Be :

- *Trempe* : 16 IACS (10,77 μΩ.cm)

- *Trempe + revenu* : 25 IACS (6,89 μΩ.cm)

Traitements thermiques d'adoucissement après écrouissage

La température d'adoucissement est 550 °C

Traitements thermiques de durcissement

Pour l'alliage à 2,2 % Be : chauffage à 750 °C ; trempe à l'eau ou à l'air ; revenu 4 h à 320 °C

Conditions d'usinage

- Doit être travaillé, de préférence, à l'état adouci ou trempé ; éventuellement trempé écroui
- Si l'on doit usiner à l'état traité (trempé + revenu), employer pour les dernières passes des outils aux carbures et un refroidissement énergique

Possibilités de soudage à l'argon-arc

- Nécessité de décaper l'oxyde superficiel immédiatement avant soudure
- Difficile à souder électriquement par points
- Destruction des propriétés au soudage

Possibilités de brasage

- Très difficile
- Braser en milieu très réducteur
- Utiliser une brasure de température de fusion : soit inférieure à 350 °C pour ne pas détériorer les caractéristiques obtenues après traitement, soit supérieure à 750 °C pour pouvoir tremper et régénérer les propriétés par revenu

(1) Le cuivre au béryllium voit diminuer sa dureté, sa résistance mécanique et augmenter sa conductivité électrique par un refroidissement rapide (*trempe*) depuis une température donnée. Un second traitement thermique (maintien à une température donnée pendant un temps de palier), suivi d'un refroidissement lent, restaurera les qualités de dureté et de résistance mécanique et diminuera la conductivité électrique. Ce second traitement s'appelle le *revenu*.

2,102. Composition chimique (en %).

Nickel	29 à 45	Etain	≤ 0,005
Plomb	≤ 0,000 5	Phosphore	≤ 0,001
Manganèse	≤ 1	Fer	≤ 0,05
Tellure	≤ 0,05	Carbone	≤ 0,05
Zinc	≤ 0,005	Silicium	≤ 0,05
Soufre	≤ 0,005	Cuivre	le reste

2,103. Propriétés chimiques particulières. — Bonne résistance chimique à la corrosion en atmosphère saline; fragilisation possible par des brasures contenant du phosphore. Ne pas recuire en atmosphère contenant du soufre.

2,104. Propriétés physiques. — Elles sont données dans le tableau IX.

2,105. Usinage. — Tournage: utiliser des outils en acier rapide, vitesse 25 à 50 m/mn; pour le dégrossissage, faire des passes de 0,5 à 1,5 mm; pour la finition, réduire à 0,2 mm.

2,106. Traitements thermiques.

Température de travail à chaud (forgeage, laminage): 925 à 1 050 °C

Température d'adoucissement: 650 à 825 °C pendant 10 à 30 mn
Température de dégazage: 950 à 1 000 °C sous vide ou sous hydrogène, de 10 à 30 mn.

2,107. Traitements de nettoyage chimique. — Les cupro-nickels se traitent comme le cuivre (§ 2,087).

2,108. Méthodes de soudage et de brasage. — Les alliages

cuivre-nickel se soudent par points (§ 9,2) et se brasent également bien.

2,109. Formes commercialisées. — Tôles d'épaisseurs courantes 0,25 à 4 mm, bandes, barres de diamètre 1,2 à 36 mm, tubes, fils.

2,1099. Prix. — Environ 25 F/kg en 1967.

2,11. Alliages du type Monel.

Cf vol. MÉTALLURGIE en M 500, *Propriétés des alliages de nickel.*

2,111. Généralités. — Le nom de Monel est une marque déposée couvrant une famille d'une dizaine d'alliages à base de Ni-Cu ayant en commun une forte résistance aux corrosions atmosphérique, marine, acide et alcaline.

Certains d'entre eux, comme le Monel K 500, sont à durcissement structural; toutefois ces Monels doivent être employés avec précaution en électronique du fait de la présence d'aluminium, qui rend délicat le brasage sans flux et qui, sous vide, risque de dégager des vapeurs métalliques.

Les Monels sont sensibles à l'action du soufre et des atmosphères sulfurées.

2,112. Composition. — Le tableau X donne la composition de plusieurs Monels usuels.

2,113. Propriétés physiques particulières. — Elles sont données dans le tableau XI, p. 8.

Tableau IX. — Propriétés physiques de deux alliages cupro-nickel.

Caractéristiques	Alliage 70/30 (70 % Cu - 30 % Ni)	Alliage 55/45 (Constantan) (55 % Cu - 45 % Ni)
Structure cristalline	cubique à faces centrées	
Densité	8,94	8,9
Température de fusion (solidus)	1 170	1 220
Coefficient de dilatation thermique de 20 à 300 °C	162.10 ⁻⁷	159.10 ⁻⁷
Conductivité thermique à 20 °C	0,07 cal.cm ⁻¹ .s ⁻¹ .deg ⁻¹	0,054 6
Résistivité électrique à 20 °C	37 μΩ.cm.	49
Module d'élasticité	16 000 hbar	18 000
● Propriétés mécaniques (état adouci):		
Dureté Rockwell	B 35	B 51
Charge de rupture à la traction	39 hbar	42,5
Allongement à la rupture	45 %	32
Charge à la limite élastique	14 hbar	15
● Propriétés mécaniques (état écroui):		
Dureté Rockwell	B 90	
Charge de rupture à la traction	55 hbar	90
Allongement à la rupture	10 %	
Charge à la limite élastique	50 hbar	

Tableau X. — Composition (en %) de quelques Monels usuels.

	Ni (+ Co)	Cu	Fe	Mn	C	Si	S	Al
Monel	63 à 67	reste	≤ 2,5	≤ 2,0	≤ 0,3	≤ 0,5	≤ 0,01	≤ 0,5
Monel 326	58 à 61	reste	≤ 2,5	≤ 2,0	≤ 0,3	≤ 0,5	≤ 0,02	
Monel R	63 à 70	reste	≤ 2,0	≤ 1,1	≤ 0,5	0,025 à 0,06	≤ 0,035	
Monel K 500	63 à 67	reste	≤ 2,0	≤ 1,0	≤ 0,25	≤ 1,0	2 à 4
Monel 403	55 à 60	reste	≤ 1	≤ 2,25	≤ 0,3	≤ 0,75	≤ 0,03	
Monel 404	52 à 57	reste	≤ 0,5	≤ 0,1	≤ 0,15	≤ 0,1	≤ 0,03	≤ 0,05

Pour la table analytique, se reporter à la première page de cet article.

Tableau XI. — Propriétés physiques de 3 Monels.

	Monel	Monel 403	Monel K 500 Alliage à durcissement structural
Structure cristalline	cubique à faces centrées	cubique à faces centrées	
Densité	8,83	8,86	8,47
Température de fusion	1 300	1 350	1 315
Coefficient de dilatation entre 20 et 300 °C	$150 \cdot 10^{-7}$	$161 \cdot 10^{-7}$	$144 \cdot 10^{-7}$
Point de Curie	60 maximum (légèrement magnétique à la température ambiante)	(perméabilité de 1,004 à la température ambiante)	— 100
Résistivité électrique à 20 °C	48	53	
Module d'élasticité à 20 °C	18 300	18 000	18 300
● Propriétés mécaniques à l'état recuit, à 20 °C :			
Charge de rupture à la traction	60	43	60
Charge à la limite élastique	28	16	
Allongement à la rupture	45	50	45
Dureté Vickers	135		160
● Propriétés mécaniques à l'état écroui à 20 °C :			
Charge de rupture à la traction	80		état durci : 112
Charge à la limite élastique	60		
Allongement à la rupture	10		état durci : 15
Dureté Vickers			état durci : 340

2,114. Usinage. — Les Monels s'emboutissent à l'état adouci, mais l'état de surface des flans de départ doit être tout spécialement exempt de criques; les arrondis et les angles doivent posséder des rayons importants (de l'ordre de 1 à 2 fois l'épaisseur du métal).

Les Monels s'usinent par tournage sensiblement comme les aciers doux.

2,115. Traitements thermiques.

● Traitements de dégazage : 900 °C - 10 à 30 mn - sous hydrogène sec ou mieux sous vide.

● Traitements d'adoucissement :

Monels à durcissement structural (K 500) : 870 à 980 °C suivi d'une trempe dans l'eau ou dans l'huile.

Autres Monels : 880 à 980 °C - 5 à 10 mn - sous hydrogène ou sous vide.

● Traitements de durcissement (Monel K 500) : 530 à 590 °C pendant 6 à 16 h suivi d'un refroidissement lent.

Les valeurs de température et de temps les plus faibles sont valables pour le métal fortement écroui, les valeurs les plus fortes devant être retenues pour le métal adouci.

2,116. Méthodes de soudage et de brasage. — Le soudage par points est utilisable. Le brasage peut s'effectuer à l'aide de cuivre, d'argent, ou d'alliage de ces deux métaux.

2,117. Formes commercialisées. — Tôles d'épaisseur 0,05 mm à 5 mm, rubans, barres de diamètre 4 à 200 mm, fils, tubes.

2,118. Prix. — En 1967 environ 35 F/kg.

2,12. Fer.

2,121. Généralités. — Le fer de haute pureté est très utilisé dans les tubes fonctionnant avec champ magnétique, du fait de sa perméabilité et de son induction de saturation élevées, combinées avec un champ coercitif réduit; c'est donc souvent le constituant de pièces polaires de magnétrons, de cales d'aimants pour tubes à ondes progressives (TOP) et de blindages magnétiques.

Le fer a été également employé après argenture superficielle comme élément d'enveloppe soudable au verre. Il est utilisé aussi comme anode de tubes *miniature* et, dans ce cas, il est plaqué d'aluminium.

Cependant, il est préférable, particulièrement dans les tubes à haute fiabilité, d'éviter l'emploi du fer à l'intérieur des enveloppes en raison de la présence fréquente d'oxygène dans ce métal.

2,122. Composition chimique (en %).

Fer	> 99,9	Soufre	≤ 0,003
Carbone	≤ 0,005	Cuivre	≤ 0,005
Silicium	≤ 0,005	Nickel	≤ 0,004
Manganèse	≤ 0,04	Oxygène	≤ 0,003
Phosphore	≤ 0,005	Azote	≤ 0,000 5

2,123. Propriétés physiques.

Structure cristalline : cubique centrée pour le fer α et δ; cubique à faces centrées pour le fer γ

Densité : 7,87

Température de fusion : 1 537 °C

Conductivité thermique : $0,17 \text{ cal. cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228.

Coefficient de dilatation entre 20 et 300 °C : $13,5 \cdot 10^{-6}$

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Résistivité électrique à 20 °C : $9,71 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ à l'état adouci; $10,2 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ à l'état écroui

Résistivité électrique en fonction de la température : cf. Form. E 228

Point de Curie : 768 °C.

● Caractéristiques mécaniques à l'état adouci :

Charge de rupture à la traction : 27 hbar

Allongement à la rupture : 45 %

Charge à la limite élastique : 14 hbar

Dureté Brinell : 67

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

● Caractéristiques mécaniques à l'état écroui :

Charge de rupture à la traction : 70 hbar

Charge à la limite élastique : 22 hbar
 Dureté Brinell : 220
 Le module d'élasticité varie dans le monocristal de 13 500 à 28 000 hbar suivant l'axe considéré ; pour le métal polycristallin, la valeur de 21 000 hbar est admise.

• **Caractéristiques magnétiques :**

Le fer très pur obtenu par fusion sous vide élevé, correspondant à l'analyse du § 2,122 et adouci au maximum pour obtenir de grands cristaux, possède une perméabilité plus élevée que les fers de pureté normale, pour les champs faibles. La différence s'atténue ensuite pour les champs élevés.

L'écroutissage du fer diminue la perméabilité, mais accroît la force coercitive, l'induction résiduelle et les pertes d'hystérésis.

- Courbe d'hystérésis à l'état recuit : fig. 15.
- Perméabilité magnétique en fonction de la température : fig. 16.

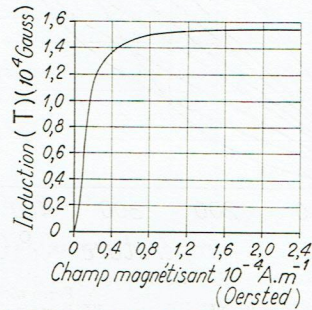
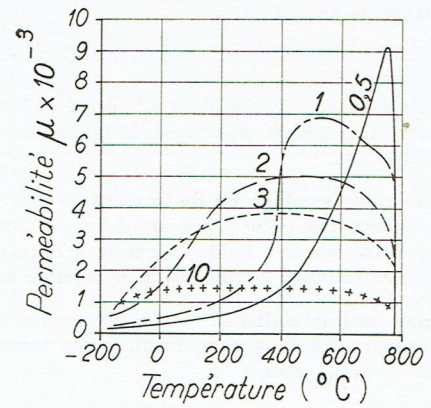


Fig. 15. — Courbe de magnétisme du fer (fer de haute pureté, état adouci).

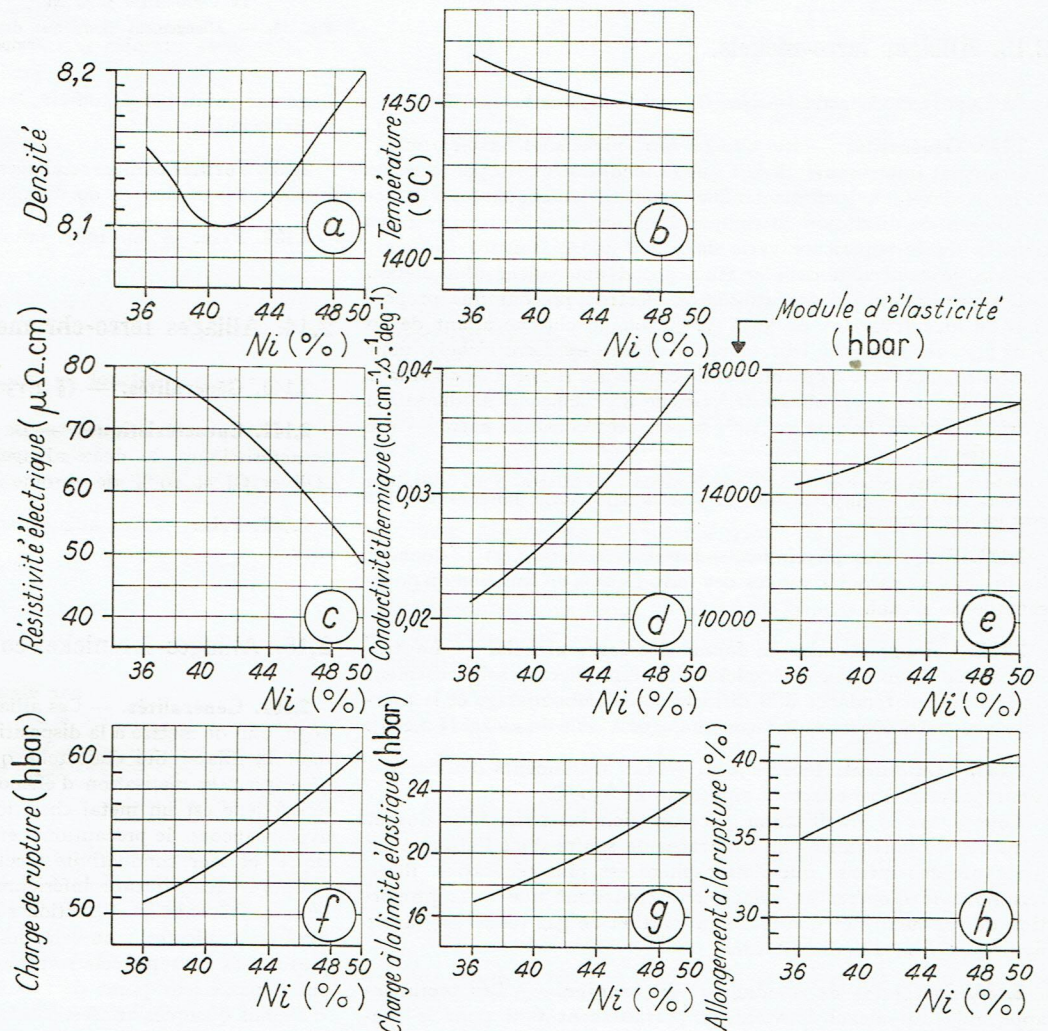


0,5, 1, ... 10 sont les valeurs du champ en oersteds (10⁻⁴ A.m⁻¹)
 Fig. 16. — Courbes de variation de la perméabilité avec la température (fer électrolytique).

2,124. Usinage et mise en forme. — Le fer se fragilise entre 850 et 1 050 °C ; il ne faut donc pas le travailler dans cette zone de température.

Les emboutissages profonds sont difficiles à réaliser à froid et le travail à chaud doit être fait avec précaution du fait de la facilité d'oxydation du fer.

Le tournage est délicat à cause de la plasticité élevée ; il est souhaitable d'usiner le métal dans son état écroui.



- (a) densité
- (b) liquidus
- (c) résistivité électrique
- (d) conductivité thermique
- (e) module d'élasticité
- (f) charge de rupture (état recuit)
- (g) charge à la limite élastique (état recuit)
- (h) allongement à la rupture (état recuit)

Fig. 17. — Caractéristiques physiques des alliages ferro-nickels de 36 à 50 % de nickel.

2,125. Traitements thermiques.

Traitement d'adoucissement : 550 à 600 °C - 10 à 30 mn - sous atmosphère non oxydante

Traitement de dégazage : recuit dans l'hydrogène à 950-1 000 °C - 30 mn - suivi d'un recuit sous vide à la même température durant 10 mn environ.

2,126. Méthodes de soudage ou de brasage. — Le fer peut être soudé électriquement par points, par argon-arc ou bombardement sous vide ; il peut se braser à l'aide de cuivre, d'argent et de leurs alliages. Eviter les brasures contenant du phosphore ou du soufre.

2,127. Formes commercialisées. — Le fer est livré sous forme de tôles d'épaisseurs 0,2 à 5 mm, bandes, fils, tubes, barres de diamètres 4 à 58 mm, poudre.

2,128. Prix. — En 1967, de 2 à 7 F/kg suivant la qualité.

2,129. Fer plaqué aluminium (fer P₂). — Ce matériau peu coûteux a été développé pour remplacer le nickel carboné dans la fabrication de tubes conventionnels de faible puissance (*miniatures*).

Il est composé d'une âme en fer pur ayant la forme d'un ruban sur les deux faces duquel sont plaquées par laminage deux feuilles d'aluminium, l'ensemble ayant une épaisseur de l'ordre de 0,1 à 0,2 mm.

Les deux faces d'aluminium noircissent lors d'un traitement sous vide vers 700 °C, conférant ainsi à l'assemblage plaqué un coefficient de rayonnement élevé.

Le prix du fer P₂ était d'environ 10 F/kg en 1967.

2,13. Alliages ferro-nickels.

Cf ELECTRICITÉ, art. *Alliages fer-nickel et fer-cobalt* en D 200.

2,130. Généralités. — Les alliages ferro-nickels (et ferro-chromes : § 2,14) sont intéressants du fait que la modification du pourcentage de fer et nickel (ou de chrome) influe considérablement sur leurs caractéristiques de dilatation thermique dans une zone de températures dont la limite supérieure varie de 200 à 450 °C suivant l'alliage ; au-delà, le coefficient de dilatation prend une valeur plus élevée.

Les principaux alliages utilisés en électronique ont une proportion de nickel variant de 36 à 52 % (ou de chrome allant de 10 à 25 %) ; ils trouvent leur emploi, surtout les ferro-nickels, pour les scellements verre-métal ou métal-céramique. A noter que l'alliage à 36 % de nickel, appelé *Invar*, possède un coefficient de dilatation particulièrement bas de $20 \cdot 10^{-7}$, à peu près constant entre -100 et +100 °C.

Voici quelques noms commerciaux correspondant à ces alliages : N 36, Invar, N 42 Platinite, Nilo 42, 42 Alloy, Carpenter 42 pour les ferro-nickels ; Dilver O, Dilver T pour les ferro-chromes.

2,131. Propriétés physiques. — Les figures 17, p. 9, et 18 donnent les principales caractéristiques des ferro-nickels en fonction du pourcentage de nickel.

2,132. Usinage et mise en forme des ferro-nickels. — Le travail à chaud des alliages fer-nickel doit être effectué soigneusement du fait de leur tendance à la dislocation. L'emboutissage et le tournage peuvent s'effectuer de façon analogue à celle du nickel (§ 2,204).

2,133. Traitements thermiques. — Les traitements d'adoucissement peuvent être effectués entre 750 et 850 °C.

Pour éviter la fragilisation par corrosion intercrystalline durant le recuit, en particulier par des traces de soufre dont l'attaque est d'autant plus intense que l'atmosphère est plus réductrice, il est recommandé d'opérer en atmosphère contenant une forte proportion de gaz neutre et une faible proportion de gaz réducteur (azote hydrogéné), ou alors sous vide.

2,134. Méthodes de soudage et de brasage. — Les méthodes applicables au nickel conviennent parfaitement tant pour le sou-

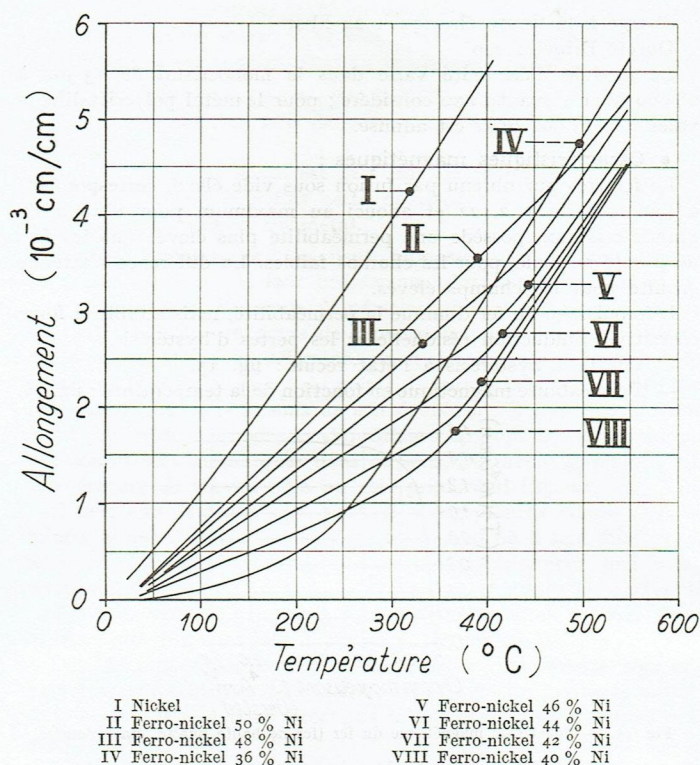


Fig. 18. — Allongement thermique des alliages ferro-nickels en fonction de la température.

dage par point, par argon-arc, bombardement électronique que pour le brasage.

2,135. Formes commercialisées. — Tôles d'épaisseur 0,05 à 10 mm, bandes, fils et barres de diamètre 0,07 à 20 mm.

2,136. Prix. — En 1967, environ 10 F/kg.

2,14. Alliages ferro-chromes.

2,140. Généralités. — (§ 2,130).

2,141. Caractéristiques. — Le tableau XII, p. 11, donne quelques caractéristiques de deux alliages ferro-chrome à 25 % de chrome (Dilver O) et 19 % de chrome (Dilver T).

2,142. Prix. — Ces alliages sont moins coûteux que les ferro-nickels.

2,15. Alliages fer-nickel-cobalt.

2,151. Généralités. — Ces alliages ont été développés vers l'année 1930, afin de mettre à la disposition des électroniciens des matériaux dont la dilatabilité était telle qu'ils puissent remplacer le molybdène pour la réalisation d'éléments d'enceintes verre-métal, car le molybdène est un métal cher, lourd et qu'il faut mettre en formes avec beaucoup de précautions ; en revanche, ces alliages sont magnétiques et leur conductivité électrique est médiocre.

Pour les températures inférieures au point de Curie (vers 425-450 °C), leurs coefficients de dilatation sont bien adaptés à ceux des verres durs (borosilicates) ; au-delà, les coefficients deviennent nettement plus élevés sans que cela soit gênant puisque les verres borosilicates ont dépassé leur point de ramollissement.

Depuis quelques années, d'autres alliages fer-nickel-cobalt ont été

Tableau XII. — Caractéristiques de deux ferro-chromes.

Caractéristiques	Dilver O	Dilver T
	25 % de chrome	19 % de chrome
Densité	7,50	7,60
Conductivité thermique cal. cm ⁻¹ . s ⁻¹ . deg ⁻¹	0,029	0,029
Point de Curie	570	640
Résistivité à 15 °C	65	65
Point de fusion	1 450	1 450
● <i>Caractéristiques mécaniques à l'état adouci :</i>		
Charge de rupture à la traction	58	55
Charge à la limite élastique	43	40
Allongement à la rupture	25	25
Température d'adoucissement	675	675
Coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300 °C	98.10 ⁻⁷	104.10 ⁻⁷

mis au point pour permettre le scellement aux céramiques (aluminés en particulier).

Les noms commerciaux de ces alliages sont par exemple : Kovar, Dilver P, Vacon, Vaomet, Nilo K, Rodar, Therlo, etc. pour la soudure aux verres ; ASC, Ceramvar ou Ceramiseal pour le scellement aux aluminés.

2,152. Composition chimique. — Elle est donnée dans le tableau XIII.

Tableau XIII. — Composition chimique de quelques alliages Fe-Ni-Co.

Composants	Alliages soudables aux verres	Alliages soudables aux céramiques	
	Kovar, Dilver P, etc. %	ASC %	Céramvar, Ceramiseal %
Nickel (1)	28 à 31	35	27
Cobalt (1)	19 à 15	10	25
Manganèse	≤ 0,5		
Magnésium	≤ 0,1		
Silicium	≤ 0,2		
Zirconium	≤ 0,1		
Titane	≤ 0,1		
Aluminium	≤ 0,1		
Carbone	≤ 0,06		
Phosphore	≤ 0,01		
Soufre	≤ 0,01		
Fer (1)	le reste	le reste	48

(1) Les pourcentages varient suivant les fournisseurs.

2,153. Fragilisation. Corrosion fissurante. Instabilité structurale.

2,1531. Fragilisation : comme les alliages ferro-nickels, les fer-nickel-cobalt sont sujets à la fragilisation lors des traitements thermiques en atmosphère d'hydrogène insuffisamment purifiée (présence de soufre en particulier) (§ 2,133).

En outre, comme pour certains alliages contenant du cobalt, il peut également apparaître une fragilisation sous hydrogène pur vers 500 °C.

2,1532. Corrosion fissurante : enfin, les alliages fer-nickel-cobalt sont sujets à la corrosion fissurante. Ce phénomène se produit au cours d'une opération de brasage, lorsqu'une brasure contenant de l'argent ou du cuivre ou du zinc ou un alliage de ces métaux est en contact avec le métal, à condition que celui-ci soit soumis simultanément à des contraintes mécaniques d'extension (contraintes provenant d'un écrouissage provoquant des contraintes internes, d'une

anisothermie, ou encore de la transmission d'efforts par des pièces contiguës). Le zinc et l'argent sont plus nocifs que le cuivre.

Dans ces conditions, la brasure diffuse dans les joints de grains du métal en disloquant ce dernier. A noter que la corrosion fissurante ne se produit plus en l'absence de toute contrainte d'extension. Lorsque la structure des éléments à braser ne permet pas la suppression des contraintes mécaniques, il est souhaitable de protéger la surface du métal par une couche bien adhérente d'un métal peu soluble dans la brasure, qui empêche tout contact direct. Le cuivre, mais surtout le nickel, convient bien.

2,1533. Instabilité structurale : cette instabilité est liée à l'apparition accidentelle de la phase α (martensite) dans la matrice γ (austénite) qui constitue normalement le métal. Cette apparition modifie considérablement la plupart des propriétés : dilatation, résistance chimique, propriétés mécaniques (en particulier aptitude à l'emboutissage), résistance électrique. La transformation γ en α s'accompagne d'une augmentation de volume, ce qui engendre des contraintes internes et peut faire craquer le métal.

La transformation γ en α peut se produire soit du fait de la composition de l'alliage trop riche en cobalt et trop peu en nickel, soit du fait d'un écrouissage trop intense, ou enfin à la suite d'un refroidissement à basse température.

Les alliages garantis stables ne présentent pas ce défaut et peuvent résister sans transformation à un refroidissement à — 70 °C au moins.

2,154. Propriétés physiques. — Elles sont données dans le tableau XIV, p. 12.

2,155. Usinage et mise en forme. — Les alliages fer-nickel-cobalt se travaillent aisément par tournage, approximativement comme l'acier doux. Les outils au carbure ou en acier rapide conviennent bien.

La vitesse de coupe pour le dégrossissage sera choisie entre 8 et 10 m/mn, avec une avance de 0,80 mm/tr et une profondeur de passe de 4 mm.

L'emboutissage s'effectue aisément à partir de métal à l'état adouci.

Le repoussage devra être mené avec précautions pour éviter l'apparition de microfissures donnant à la surface du métal l'aspect de *peau d'orange* ; les arrondis des mandrins de repoussage devront avoir des rayons de courbure au moins égaux à deux fois l'épaisseur du métal.

2,156. Traitements thermiques.

2,1561. Recuits d'adoucissement : 30 mn vers 800-850 °C avec si possible refroidissement rapide ; atmosphère d'hydrogène épuré (exempt de soufre en particulier), ou vide.

2,1562. Recuits de décarburation et d'oxydation : les alliages fer-nickel-cobalt peuvent contenir jusqu'à 0,06 % de carbone. Lorsqu'ils doivent être scellés au verre, il se produit une oxydation du carbone avec formation de gaz carbonique ; ce dernier se trouve

Tableau XIV. — Caractéristiques physiques de quelques alliages Fe-Ni-Co.

Caractéristiques	Alliages soudables aux verres		Alliages soudables aux céramiques	
	Kovar	Dilver P ₀ Dilver P ₁	ASC	Ceramvar
● Caractéristiques physiques :				
Température de fusion	1 450	1 450	1 450	1 421
Densité	8,36	8,25	8,15	8,16
Point de Curie	435	425	440	520-525
Conductivité thermique				
à 15 °C	0,039 5	0,042	0,043	0,040
en fonction de la température		cf Form. E 228		
Résistivité électrique				
à 15 °C	49	49	48	37
en fonction de la température		cf Form. E 228		
Chaleur massique	0,105	0,12		
Dilatation thermique en fonction de la température		cf Form. E 228		
● Caractéristiques mécaniques :				
Charge de rupture à la traction :				
écroui		80-100		100
recuit	55	55-60	55	45
en fonction de la température		cf Form. E 228		
Charge à la limite élastique :				
écroui		75-90		
recuit	42	35-40	35	35
Allongement à la rupture :				
écroui		2		
recuit	35,5	30 à 55	30	30
Dureté Vickers				
adouci		150		
écroui		250		
Module d'élasticité				
à 20 °C	14 000	12 500		13 200
en fonction de la température		cf Form. E 228		

partiellement emprisonné dans la zone de scellement verre-métal formant des bulles ou des bouillons : il s'ensuit, indépendamment de l'aspect, que le scellement est affaibli, voire poreux.

En outre, lorsque la soudure se trouve dans un champ électrique de haute fréquence, il peut y avoir ionisation des gaz contenus dans les bulles, provoquant des pertes HF avec échauffement local capable de féler le scellement.

Le traitement de décarburation a pour but de supprimer ces inconvénients en abaissant la teneur superficielle du métal en carbone.

Les pièces à décarburer doivent être portées entre 900 et 1 000 °C, pendant 30 mn environ, en atmosphère d'hydrogène humide (point de rosée 25 °C environ). Ce traitement, en outre, forme une mince couche d'oxydes, nécessaire au bon scellement au verre. Le scellement doit généralement être effectué au maximum quelques heures après le traitement d'oxydation ; la pièce oxydée étant maintenue dans ce laps de temps aussi propre que possible.

2,1563. Recuits de dégazage : les alliages fer-nickel-cobalt doivent être dégazés par passage sous hydrogène sec vers 1 000-1 100 °C pendant 10 mn, puis par passage sous vide vers 900-1 000 °C.

2,157. Traitements de nettoyage chimique.

2,1571. Décapage : trempé dans HCl avec un limiteur de décapage, suivi d'un trempé dans le mélange acide sulfonitrique (400 cm³ SO₄H₂ à 95,95 % ; 400 cm³ NO₃H à 62 % ; 200 cm³ eau distillée).

2,1572. Brillantage : trempé dans le mélange suivant :
acide acétique 500 cm³
acide nitrique à 62 % 300 cm³
acide orthophosphorique 200 cm³.

2,158. Méthodes de brasage et de soudage. — Les alliages fer-nickel-cobalt se brasent aisément sous vide ou sous hydrogène ; il faut utiliser de préférence des brasures exemptes d'argent (§ 2,1532), le métal ayant été protégé par une couche électrolytique de cuivre ou de nickel et n'étant soumis, autant que possible, à aucune contrainte.

Pour le soudage au verre, les fer-nickel-cobalt doivent avoir au préalable subi le traitement de décarburation et d'oxydation indiqué § 2,1562.

2,159. Formes commercialisées. — Barres de diamètre ≤ 100 mm, tiges, tubes, planches d'épaisseur 0,02 à 5 mm, fils de diamètre ≥ 0,2 mm.

2,1599. Prix. — En 1967, 25 à 140 F/kg suivant la forme et les quantités.

2,16. Alliages fer-nickel-chrome soudables aux verres tendres.

2,160. Généralités. — Ces alliages ne sont pas sujets au durcissement structural, et seul un écrouissage peut les durcir.

Ils trouvent deux domaines d'applications différents suivant leur composition :

— les uns ont été développés pour la réalisation de scellements verre-métal et leur intérêt réside dans la forte adhérence de la couche d'oxydes sur le métal de base, qui permet un accrochage solide du verre ;

Les alliages de ce type portent les noms commerciaux d'ASV, de Sylvania 4, de Sealmet 4, etc.

— les autres sont résistants à l'oxydation et ont de grandes qualités mécaniques qui les font utiliser par exemple comme ressorts jusqu'à 450 °C. L'Inconel fait partie de ces alliages.

2,161. Composition chimique (en %) de l'ASV.

Nickel	42	Carbone	0,04
Chrome	6	Silicium	0,12
Manganèse	0,30	Fer	le reste

2,162. Propriétés physiques particulières de l'ASV.

Densité : 8,20
 Conductivité thermique : 0,033 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹
 Point de Curie : 270 °C
 Point de fusion : 1 450 °C

● **Caractéristiques mécaniques à l'état adouci :**

Charge à la limite élastique : 30 hbar
 Charge de rupture à la traction : 60 hbar
 Allongement à la rupture : 32 %
 Résistivité électrique à 20 °C : 93 μΩ.cm
 Coefficient de dilatation de 20 à 300 °C : 78.10⁻⁷

2,163. Traitements thermiques. — Tous les traitements doivent être effectués sous hydrogène sec (point de rosée < - 50 °C) ou sous vide. Température d'adoucissement : 850-900 °C.

2,164. Traitement avant soudure sur le verre. — 1 000 °C - 15 à 20 mn - en atmosphère d'hydrogène humide.

2,165. Traitements de nettoyage chimique. — Trempé dans le bain suivant :

acide nitrique à 62 % : 1 000 cm³
 acide fluorhydrique à 60 % : 150 cm³
 eau distillée : 1 000 cm³.

2,166. Méthodes de brasage et de scellement au verre. — La facilité d'oxydation de ces alliages rend nécessaire de conduire les opérations de brasage en atmosphère d'hydrogène extrêmement pur, ou mieux sous vide. Pour le scellement au verre, les alliages fer-nickel-chrome doivent être oxydés par chauffage vers 1 000 °C en atmosphère d'hydrogène humide (point de rosée + 25 °C).

2,167. Formes commercialisées. — Tôles et fils.

2,17. Alliages fer-nickel-chrome résistants à l'oxydation. Inconel.

2,171. Composition chimique (valeurs moyennes en %).

Nickel + cobalt	76	Silicium	0,2
Chrome	15,8	Cuivre	0,1
Fer	7,2	Soufre	0,007
Manganèse	0,2	Carbone	0,04

2,172. Propriétés physiques.

Densité : 8,47
 Température de fusion : 1 395 °C
 Conductivité thermique à 20 °C : 0,036 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹
 Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228
 Résistivité électrique à 20 °C : 98 μΩ.cm
 Point de Curie : - 40 °C
 Perméabilité magnétique à 20 °C : 1,005
 Coefficient de dilatation thermique : 115.10⁻⁷
 Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228.

● **Caractéristiques mécaniques à l'état adouci :**

Charge de rupture à la traction : 60 à 70 hbar
 Charge de rupture en fonction de la température : cf Form. E 228

Charge à la limite élastique : 18 à 35 hbar
 Allongement à la rupture : 35 à 50 %
 Dureté Brinell : 120 à 170
 Module d'élasticité : 22 000 hbar

● **Caractéristiques mécaniques à l'état écroui :**

Charge de rupture à la traction : 80 à 110 hbar
 Charge à la limite élastique : 50 à 88 hbar
 Allongement à la rupture : 15 à 25 %
 Dureté Brinell : 180 à 290

2,173. Traitements thermiques.

Température de forgeage : 870 - 1 260 °C
 Température d'adoucissement : à choisir dans la plage de 870 °C (3 h) à 980 °C (10 mn), l'atmosphère étant de l'hydrogène très bien épuré, ou mieux le vide.

Traitement de dégazage : 800 à 1 000 °C pendant 10 à 20 mn sous bon vide ; à noter que le grossissement du grain devient rapide au-dessus de 870 °C.

2,174. Traitements de nettoyage.

Trempé dans le bain suivant :
 acide nitrique à 62 % (40 °B) : 1 000 cm³
 acide fluorhydrique à 60 % : 150 cm³
 eau distillée : 1 000 cm³.

2,175. Méthodes de soudage et de brasage. — L'Inconel est délicat à braser du fait de la formation facile d'une couche d'oxyde de chrome. Il est souhaitable de le revêtir au préalable d'une couche électrolytique de cuivre ou de nickel. L'atmosphère de brasage recommandable est le vide meilleur que 10⁻³ Pa.

L'Inconel se soude bien par soudure électrique par points, par argon-arc et bombardement électronique, en prenant les mêmes précautions que pour les aciers inoxydables (§ 9,31).

2,176. Formes commercialisées. — Barres, tiges, tubes, tôles, fils.

2,177. Prix. — En 1967, environ 35 F/kg.

2,18. Graphite.

2,181. Généralités. — Le graphite est employé dans l'industrie électronique sous 3 formes différentes :

— le *graphite pyrolytique* de commercialisation très récente, qui est encore peu répandu ;

— le *graphite colloïdal*, en suspension dans un liquide (eau, alcool), avec un liant qui est utilisé pour faire des dépôts conducteurs, par exemple, pour les tubes à rayons cathodiques ;

Aquadag, Alcoholdag, Glydag, Dixonac sont les noms commerciaux de quelques produits correspondant à cette forme de graphite.

— enfin, le *graphite polycristallin*, qui est utilisé principalement comme anode du fait de son point de fusion élevé et de son bon coefficient de rayonnement. Parmi les différentes qualités commercialisées, il en existe quelques-unes qui se dégazent très facilement, et ce sont ces dernières qui sont employées exclusivement. Les anodes en graphite sont quelquefois revêtues d'une couche de titane ou de zirconium fritté afin de leur donner des propriétés *getterisantes*.

2,182. Propriétés chimiques particulières. — Le graphite utilisé en électronique a une pureté qui peut atteindre 99,999 %, la teneur en cendres étant ≤ 10 p.p.m. avec absence de bore.

Le graphite commence à s'oxyder dans l'air vers 450 °C. Sous hydrogène, il y a formation de méthane vers 1 000 °C et, en présence de nickel, dès 500 °C seulement.

2,183. Propriétés physiques.

2,1831. Graphite pyrolytique : les cristaux de ce matériau sont orientés dans le même sens ; de ce fait, l'anisotropie des pièces en graphite pyrolytique est intense.

Densité : 2,2

Coefficient de dilatation : $1 \cdot 10^{-6}$ à $20 \cdot 10^{-6}$ suivant l'axe considéré
Résistivité électrique à 20 °C : 200 à 400 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ suivant l'axe considéré

Conductivité thermique à 20 °C : 0,005 à 0,02 $\text{cal} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$
et 0,9 $\text{cal} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$ suivant l'axe considéré

Charge de rupture à la traction : 10 à 15 hbar

A noter que la porosité à l'hélium du graphite pyrolytique peut être inférieure à la valeur détectable par un spectromètre de masse à hélium.

2,1832. Graphite polycristallin : le cristal de graphite est anisotrope et ses propriétés varient fortement suivant l'axe considéré :

Structure cristalline : hexagonale

Côté de l'hexagone : 0,142 nm (1,42 Å)

Hauteur du prisme : 0,671 nm (6,71 Å)

Densité : 2,23

Résistivité électrique : 630 à 1 600 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ suivant la qualité

Résistivité électrique en fonction de la température : cf Form. E 228

Conductivité thermique moyenne

à 50 °C : 0,37 $\text{cal} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$ (de 0,17 à 0,96 suivant l'axe cristallin et les qualités de graphite)

à 900 °C : 0,15 $\text{cal} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$

Dilatation thermique moyenne à 20 °C : $3 \cdot 10^{-6}$ (de $-1,1 \cdot 10^{-6}$ à $+26 \cdot 10^{-6}$ suivant l'axe cristallin)

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Température de fusion : 3 527 °C

Dureté (échelle de Mohs) : 0,5 à 2

Module d'élasticité moyen à 20 °C : 900 hbar

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Charge de rupture en fonction de la température : cf Form. E 228

Pouvoir émissif total à 800 °C surface polie : 0,75 à 0,80 ; rugueuse : 0,9 à 0,95

Puissance rayonnée en fonction de la température :

cf Form. E 228

Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228.

2,184. Traitements de dégazage du graphite polycristallin. —

Le graphite doit être dégazé sous vide à température relativement élevée ; en particulier, c'est seulement entre 1 500 et 1 800 °C qu'il relâche l'oxygène. Pour un graphite de bonne qualité électronique, un temps de dégazage de 10 mn sous vide est suffisant.

2,185. Usinage et traitement. — Le graphite s'usine bien par les moyens conventionnels : tour, fraisage, etc., en particulier à l'aide d'outils en acier rapide.

2,186. Méthode de scellement. — Les pièces en graphite, surtout en graphite pyrolytique, sont très difficiles à raccorder à d'autres éléments ; on peut toutefois obtenir des résultats convenables avec le procédé de scellement au *métal actif* (§ 11,22) utilisé pour les scellements métal-céramique ; à la différence de ceux-ci, il se forme, au contact du graphite, une interface à base de carbures métalliques, solidement accrochée. Par ailleurs, le mode opératoire sera rigoureusement le même que pour sceller les céramiques.

2,187. Formes commercialisées.

— *Graphite polycristallin* : rondins et barres de diamètre 20 à 500 mm, tiges, tubes, plaques d'épaisseur jusqu'à 300 mm, pièces de forme.

— *Graphite pyrolytique* : à peu près exclusivement pièces de forme en épaisseur mince (≤ 3 mm) : tubes, plaques, creusets, etc.

— *Graphite colloïdal* : sous forme de suspensions liquides à appliquer comme revêtement sur un support, au pinceau, au pistolet ou au trempé, fournies en flacons.

2,188. Prix. — En 1967, pour le graphite polycristallin 27 F/kg.

2,19. Molybdène et alliages molybdène-titane, molybdène-rhénium et molybdène-tungstène.

2,191. Généralités. — Le molybdène est un des métaux les plus utilisés dans l'industrie des tubes électroniques ; il permet la réalisation de nombreuses pièces qui doivent posséder de bonnes caractéristiques mécaniques à chaud : anodes à forte dissipation thermique, grilles (montants, supports et fils), supports d'électrodes et de filaments, anti-cathodes pour tubes à rayons X.

Il existe différentes formes de molybdène : le molybdène fritté, le molybdène fondu sous vide, le molybdène dopé (faiblement allié), le molybdène à haut seuil de fragilisation (molybdène HSF), le molybdène pyrolytique.

2,192. Composition chimique. — Tableau XV.

2,193. Propriétés chimiques particulières. — Le molybdène s'oxyde dans l'air dès 300 °C ; à partir de 700 °C, il émet des fumées jaunes d'anhydride molybdique MoO_3 . Il se carbure aisément par chauffage à partir de 1 100 °C dans un lit de carbone ou de graphite en poudre ; la carburation du molybdène lui procure des caractéris-

Tableau XV. — Composition chimique de quelques types de molybdènes.

Éléments	Molybdène fritté %	Molybdène fondu sous vide		Molybdène faiblement allié au titane %	Molybdène pyrolytique %
		normal %	spécial pour emboutissage à froid %		
Molybdène	99,90	99,90	99,97	99,40	99,99
Carbone	0,01	0,04	0,005		
Fer	0,02	0,02	0,008		
Chrome	0,05	0,005			
Nickel		0,002	0,002		
Etain		0,001			
Magnésium	0,002	0,001			
Aluminium	0,002	0,001 5			
Plomb	0,001	0,000 5			
Cuivre	0,001	0,000 5			
Oxygène		0,001 5	0,001 5		
Azote		0,005	0,002		
Titane		0,002		0,5	
Silicium			0,008		

Tableau XVI. — Caractéristiques du molybdène dopé ou faiblement allié.

Caractéristiques	Molybdène fritté	Molybdène à 0,5 % Ti	Molybdène à 0,5 % Ti + 0,1 % Zr	Molybdène HSF
Température de fragilisation	1 180	1 335	1 450	1 600 env.
Charge de rupture à la traction (tige Φ 3 mm) unités arbitraires	1	1,15	1,28	
Comparaison des charges de rupture à 20 °C de fils à l'état écroui avant et après maintien 30 mn à 1 600 °C	Fig. 19	Fig. 19
Allongement à l'état adouci (tige Φ 3 mm)	12	18	
Dureté Vickers (tige Φ 3 mm)	230	250	260 à 320	

tiques anti-émissives qui sont mises à profit pour l'utilisation comme support de cathode de magnétron ou comme fil de grille. Le molybdène est fortement attaqué par le mélange acide fluoritrique.

Voici les réactions avec quelques autres corps chimiques :

CO : début de carburation au-dessus de 1 400 °C ;

CO₂ : oxydation au-dessus de 1 200 °C ;

H₂ : pas de réaction jusqu'à 2 625 °C ;

N₂ : pas de nitruration au-dessous de 1 500 °C ;

Hg : pas d'amalgamation.

2,194. Propriétés physiques.

2,1940. Certaines de ces propriétés (densité, résistivité, caractéristiques mécaniques) varient notablement suivant le travail de forgeage ou de corroyage, ainsi qu'avec les traitements thermiques subis par le métal depuis son élaboration.

2,1941. Molybdène fritté et molybdène refondu sous vide.

Structure cristalline : cubique centré

Paramètre du cristal : 0,314 nm (3,14 Å)

Densité : 10,2 (peut varier de 9,4 à 10,3 suivant l'état de forgeage et de corroyage du métal)

Température de fusion : environ 2 625 °C

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Conductivité thermique à 20 °C : 0,35 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Résistivité électrique à 20 °C : 5 $\mu\Omega$.cm

Résistivité électrique en fonction de la température : cf Form. E 228

Travail de sortie : 4,37 eV

Emission thermoélectronique saturée en fonction de la température : cf Form. E 228

Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228

Coefficient de dilatation à 20 °C : 50.10⁻⁷

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Puissance rayonnée en fonction de la température : cf Form. E 228

Propriétés mécaniques (les chiffres suivants sont donnés à titre indicatif) :

Dureté Brinell :

à l'état fritté 160

à l'état écroui 260

à l'état affiné par fusion de zone 182

Charge de rupture à la traction : 80 à 270 hbar

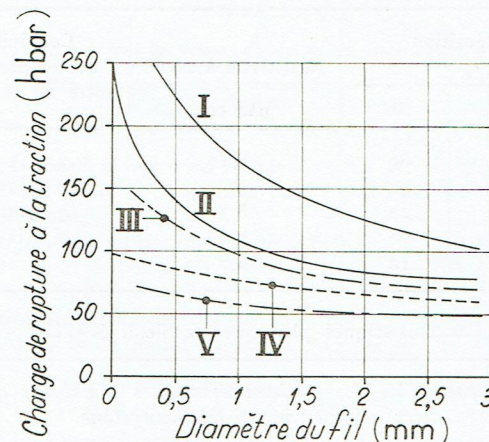
La charge de rupture des tôles laminées est d'environ 20 % plus élevée lorsque l'effort s'exerce dans le sens de laminage que lorsqu'il s'exerce dans le sens perpendiculaire. Pour cette raison il est quelquefois utile d'employer du métal à laminage croisé, c'est-à-dire laminé au cours de passes successives dans deux directions perpendiculaires.

La variation de la charge de rupture des fils en fonction du diamètre est représentée figure 19 ; pour la variation de la charge de rupture à la traction en fonction de la température, on se reportera au formulaire E 228.

Allongement à la rupture :

fil écroui 2 à 5 %

fil recristallisé 8 à 30 % (inversement proportionnel au diamètre)



I Mo HSF (état écroui) IV Mo (état adouci)
 II Mo (état écroui) V Mo (après recuit 1 600 °C 30 mn)
 III Mo HSF (après recuit 1 600 °C 30 mn)

Fig. 19. — Charge de rupture à la traction de fils en molybdène et en molybdène HSF avant et après recuit à 1 600 °C 30 mn.

Module d'élasticité : 34 000 hbar

Température de recristallisation (fragilisation) 1 180 °C

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Propriétés émissives : cf Form. E 228

Constante de RICHARDSON : A = 115 A.cm⁻².deg⁻².

2,1942. Molybdène dopé (faiblement allié) : ces types de molybdène ont été créés dans le but d'obtenir des caractéristiques mécaniques améliorées, principalement à chaud.

Le tableau XVI compare les améliorations obtenues par rapport au molybdène fritté.

2,1943. Alliage molybdène-rhénium : cet alliage présente une résistance à la traction exceptionnelle et se fragilise moins que le molybdène pur à chaud.

Il se présente sous forme de fils ou de bandes minces, utilisables en particulier pour la réalisation de fils de grille et de passages conducteurs.

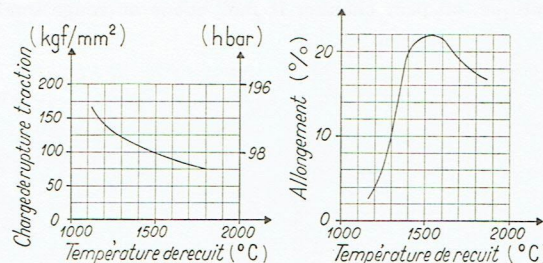


Fig. 20. — Charge de rupture à la traction et allongement à la rupture d'un fil en alliage molybdène-rhénium à 10 % de rhénium en fonction de la température de recuit (diamètre 0,06 mm).

Voici quelques caractéristiques concernant l'alliage Mo-Re à 50 % de Re.

Charge de rupture fil ϕ 350 μ : 240 hbar ; ϕ 20 μ : 500 hbar.

La figure 20, p. 15, indique la charge de rupture et l'allongement à la rupture d'un fil de ϕ 60 μ , mesurées à 20 °C, en fonction de la température de recuit.

2,1944. Alliages molybdène-tungstène: ces alliages sont utilisés comme filaments chauffants.

Les plus employés sont les alliages : 80 % Mo - 20 % W et 50 % Mo - 50 % W

2,19441. Caractéristiques électriques (tableau XVII).

Composition %		Résistivité à 20 °C $\mu\Omega \cdot \text{cm}$	Coefficient de température entre 20 et 200 °C
Mo	W		
20	80	8,1	$3,2 \cdot 10^{-3}$
50	50	9	$2,9 \cdot 10^{-3}$
62,5	27,5	8,3	$3,25 \cdot 10^{-3}$
80	20	7,6	$3,50 \cdot 10^{-3}$
90	10	6,7	$4,02 \cdot 10^{-3}$

2,19442. Caractéristiques physiques (tableau XVIII).

Caractéristiques	Alliage 80 % Mo + 20 % W	Alliage 50 % Mo + 50 % W
Densité		13,1
Dureté Vickers		300
Température de fusion°C	2 750	2 950
Coefficient de dilatation		$6 \cdot 10^{-6}$

2,195. Usinage et mise en forme du molybdène. — Les renseignements qui suivent sont relatifs au molybdène fritté, qui est un métal fragile, très délicat à travailler pour ne pas amoindrir ses propriétés mécaniques. Le molybdène fondu sous vide, à condition entre autres que ses teneurs en carbone et oxygène soient faibles (§ 2,192), s'usine et se met en forme plus aisément.

2,1951. Cisailage, poinçonnage et estampage: il faut d'abord se défier de la *délamination* qui est une sorte de clivage du métal. On peut travailler à froid jusqu'à 0,5 mm d'épaisseur, mais cela n'est pas recommandé ; au-delà de cette dimension, il faut obligatoirement chauffer à une température d'autant plus élevée que l'épaisseur est plus grande (fig. 21).

En pratique, on peut chauffer le molybdène au rouge sombre et

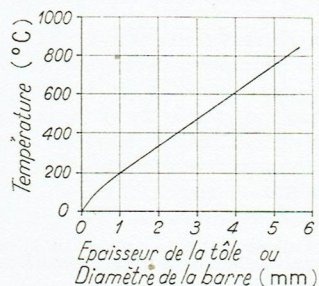


Fig. 21. — Température de mise en forme du molybdène en fonction de ses dimensions.

opérer ensuite rapidement. Il est nécessaire que les parties tranchantes des outils soient aussi bien affûtées que possible, sinon des craquelures peuvent apparaître au voisinage des limites de découpe.

2,1952. Pliage: on peut plier à froid jusqu'à une épaisseur de 0,5 mm. Le pliage se fera de préférence sur une forme, avec une vitesse lente.

Si l'épaisseur du métal est ≥ 1 mm, le rayon de la forme sera supérieur ou égal à 2 fois cette épaisseur ; au-dessous, le rayon peut égaler l'épaisseur du métal.

2,1953. Repoussage: on peut repousser des plaques jusqu'à 10 mm d'épaisseur. Il faut utiliser un lubrifiant à base de savon, cire ou plastique. En cours d'opération, il faut, de temps à autre, démonter la pièce en cours de repoussage pour éliminer le rebord qui s'ondule et qui se délamine, sinon des fissures gagneraient rapidement les parties saines du métal. Il faut se souvenir que ce dernier est fragile dans le sens de son épaisseur : il convient d'éviter, par l'emploi de méthodes et d'outillages appropriés, de développer des contraintes mécaniques dans ce sens. De même, le choix de la température de travail joue un rôle primordial (fig. 21).

Il faut enfin signaler que, partant d'une planche simplement laminée, le métal résistera bien dans les parties où il sera étiré parallèlement à l'orientation des cristaux ; malheureusement, lors du repoussage, il y aura également étirement dans toutes les autres directions, y compris celles qui sont perpendiculaires au sens privilégié et qui correspondent à une moindre résistance.

Des déchirures peuvent alors se produire. Un remède très efficace consiste à utiliser une plaque ayant subi un laminage *croisé* : dans ce cas, il y a deux directions privilégiées suivant lesquelles le métal résiste bien.

Il faut noter que, dans le cas du laminage croisé, les plaques ont des dimensions (largeur et longueur) limitées par la largeur des rouleaux de laminage, celle-ci étant d'autant plus faible que l'épaisseur des plaques sera moindre.

2,1954. Fluotournage: l'emploi de molybdène laminé croisé est recommandé (§ 2,1953). Pourtant, quel que soit le métal, il faut toujours travailler à chaud (fig. 21) et faire un nombre de passes élevé. Pendant toute l'opération, il faut chauffer continuellement avec des torches oxyacétyléniques. Si la température devient trop faible à un instant donné, il se forme des contraintes internes excessives dans le métal, et des craquelures apparaissent.

2,1955. Emboutissage profond (rapport longueur/diamètre = 4 à 5) : il sera judicieux, là encore, d'utiliser du molybdène laminé *croisé* (§ 2,1953).

Il est difficile de chauffer les outils d'emboutissage au-delà de 300 °C ; d'après la figure 21, cela signifie que l'on ne peut emboutir sans risque des planches d'épaisseur $> 2,5$ mm.

Les outils doivent être maintenus à la température nécessaire et posséder un coefficient de friction faible (comme les bronzes d'aluminium).

Si les outils sont en acier, une forte lubrification est obligatoire.

Il est souhaitable qu'à la première passe, le diamètre de l'embouti soit environ 60 % du diamètre du flan de départ.

Il est avantageux de faire un emboutissage profond avec le nombre minimal de passes.

2,1956. Tournage: les outils en acier rapide conviennent bien.

Valeurs d'usinage recommandées :

vitesse de coupe : 9 à 15 m/mn

avance : 0,075 mm par tour

profondeur de passe : 0,40 à 1,5 mm.

2,196. Traitements thermiques.

Dégazage : le molybdène se dégage aisément sous hydrogène sec ou sous vide, vers 1 000 à 1 100 °C.

Recuit d'adoucissement : ce recuit doit s'effectuer sous atmosphère neutre ou réductrice (vide, azote, hydrogène sec). Une atmosphère oxydante rend le métal fragile par pénétration de l'oxygène à cœur.

La température et la durée de recuit dépendent de l'épaisseur des éléments et peuvent varier de 870 °C à 930 °C et de 30 mn à 2 h.

2,197. Traitements de nettoyage chimique. — Le molybdène se décape par passage dans le bain suivant :

acide sulfurique à 95,95 % (66 °Baumé) : 400 cm³
acide nitrique à 62 % (40 °Baumé) : 400 cm³
eau distillée : 200 cm³.

2,198. Méthodes de soudage. et de brasage. — Le molybdène peut être raccordé à lui-même par *rivetage* (rivets en molybdène de préférence, travaillés à chaud vers 300 °C) ou bien par soudure argon-arc, et bombardement électronique (§ 9,3).

Noter à ce sujet que le molybdène fritté donne difficilement des raccordements étanches et solides, alors que le molybdène fondu sous vide donne de meilleurs résultats.

Soudage. Brasage : il est recommandé de souder vite avec un refroidissement rapide ; l'emploi de refroidisseurs placés au voisinage des parties soudées est bénéfique.

— Le soudage électrique par points est utilisable (§ 9,2), d'autant plus que l'épaisseur est plus faible ; une épaisseur de 0,5 mm semble une limite supérieure.

— Le molybdène se brase bien sous vide ou sous hydrogène sec (§ 9,1) avec des brasures à base d'argent, de cuivre, d'or, de nickel, etc. Il faut se défier, surtout lors du scellement aux céramiques, des contraintes mécaniques provenant de différences de coefficients de dilatation.

— Le molybdène se soude bien aux verres durs (cf vol. ELECTRICITÉ D 210, *Les verres utilisés en électrotechnique*).

2,199. Formes commercialisées pour le molybdène fritté et le molybdène fondu sous vide. — Barres de diamètre maximal 90 mm, tiges, fils, plaques d'épaisseur maximale 20 mm, feuilles d'épaisseur minimale 15 μ, tubes.

Le molybdène existe également sous forme de poudre, utilisée en particulier pour la métallisation des céramiques (§ 11,21).

2,199. Prix. — En 1967, de 200 à 650 F/kg.

2,20. Nickel non allié.

2,200. Généralités. — Le nickel est un métal très utilisé dans les tubes électroniques, à l'état presque pur ou dopé (faiblement allié), pour tous les usages où une bonne résistance mécanique n'est pas impérative et pour les supports de cathodes à oxydes. Il peut être classé en deux catégories : d'une part, le *nickel pour cathodes à oxydes* (§ 2,21), qui doit être soit très pur, soit dopé à l'aide de métaux soigneusement sélectionnés et dosés ; d'autre part, le nickel pour toutes les autres utilisations, quelquefois appelé *nickel pour anodes* (§ 2,22), par opposition au nickel pour cathodes. On utilise enfin des *alliages nickel-manganèse* (§ 2,23).

Le nickel est d'emploi aisé ; il se met facilement en forme, bien que s'écroutissant très vite pour une déformation réduite ; il résiste bien à la corrosion et à l'oxydation (mais est très sensible à l'action du soufre) ; enfin il est magnétique.

Les différents types de nickel portent les références normalisées suivantes : Nickel 200, 201, 202..., 222, 223, 270, etc.

On commencera par l'étude du nickel non allié.

2,201. Composition chimique (Ni 270) (en %).

Nickel + cobalt	≥ 99,9	Manganèse	< 0,01
Fer	< 0,04	Magnésium	< 0,005
Carbone	< 0,02	Aluminium	< 0,005
Silicium	< 0,01	Titane	< 0,005
Cuivre	< 0,01	Soufre	< 0,005

2,202. Propriétés chimiques particulières. — Le nickel est extrêmement sensible à l'action du soufre ; il se forme, dans les joints de grains du métal, des sulfures de nickel qui créent une grande fragilité.

Le nickel s'oxyde peu dans l'air jusqu'à 400 °C, l'oxyde formant un revêtement protecteur.

2,203. Propriétés physiques.

Structure cristalline : cubique à faces centrées

Paramètre du cristal : 0,352 nm (3,52 Å)

Densité : 8,9

Température de fusion : 1 453 °C

Conductivité thermique à 20 °C : 0,22 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Chaleur massique : 0,105 cal.g⁻¹.deg⁻¹

Point de Curie : 358 °C

Coefficient de dilatation à 20 °C : 12,6.10⁻⁶

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Résistivité électrique à 20 °C : 6,84 μΩ.cm

Résistivité électrique en fonction de la température :

cf Form. E 228

Coefficient de température de la résistivité : 68.10⁻⁴

Emission thermoélectronique saturée en fonction de la température : cf Form. E 228

Travail de sortie : 4,8 eV

Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Puissance rayonnée en fonction de la température : cf Form. E 228

Perméabilité magnétique à 20 œersteds : 50

• Caractéristiques mécaniques:

Module d'élasticité à 20 °C : 21 000 hbar

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

à l'état adouci :

Dureté Vickers : 70 à 80

Charge de rupture à la traction : 35 à 40 hbar

Allongement à la rupture : 30 à 50 %

Charge à la limite élastique : 8 hbar

à l'état écroui :

Dureté Vickers : 230 à 250

Charge de rupture à la traction : 80 hbar

Allongement à la rupture : 5 %

Charge à la limite élastique : 60 hbar

2,204. Usinage et mise en forme. — Le nickel peut être mis en forme par découpe, pliage, repoussage, emboutissage. Toutefois, si l'emboutissage doit être profond, il sera préférable d'utiliser un nickel plus riche en carbone (0,08 % < C < 0,15 %) ; noter que le nickel s'écroutit rapidement, il faut donc ménager des rayons de courbures relativement grands pour les poinçons et matrices.

Le nickel s'usine mieux à l'état écroui qu'adouci, du fait de sa plasticité.

Les outils en acier rapide ou en carbure conviennent bien.

Valeurs de tournage recommandées :

— pour le dégrossissage : vitesse de coupe 30 à 45 mm, avance 0,30 à 0,40 mm/tr, profondeur de passe 1,2 à 2,5 mm ;

— pour la finition : augmenter de 50 % la vitesse de coupe et diminuer l'avance de moitié.

2,205. Traitements thermiques. — Les recuits doivent être effectués sous vide ou en atmosphère réductrice exempte de soufre ; en cas de présence de soufre, les atmosphères réductrices sont pires que les atmosphères oxydantes.

La température d'adoucissement est comprise entre 700 et 820 °C avec une durée de 5 mn à 1 h. Le grossissement des cristaux commence vers 620 °C. Les recuits de dégazage seront effectués de préférence en deux temps : recuit sous hydrogène entre 850 et 1 050 °C, recuit sous vide vers 800 °C.

Lorsque les pièces à dégazer sont fragiles et sont placées en vrac dans une nacelle, il faudra prendre garde au collage possible dès 900 °C.

Les recuits de frittage pour les pièces obtenues par métallurgie des poudres s'effectueront entre 1 100 et 1 300 °C (par exemple, fabrication de la couche en nickel poreux des cathodes à oxydes de la figure 5).

Tableau XIX. — Principaux nickels pour cathodes à oxydes : composition.

N° des nickels	Ni + Co	Cu	Fe	Mn	C	Si	S	Mg	Al	Ti	Cr	Co	Observations
202	≥ 94	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,1	0,02 à 0,06	≤ 0,008	0,01 à 0,1		≤ 0,02			Ce nickel à 4 % de tungstène est actif au magnésium
220	≥ 99,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,08	≤ 0,05	≤ 0,008	≤ 0,08		≤ 0,05	≤ 0,02		
222	≥ 99,5	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,02	≤ 0,04	≤ 0,01	≤ 0,005	0,06 à 0,09	≤ 0,01	≤ 0,005		0,9	Ce nickel est actif au magnésium
223	≤ 99,5	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,02	≤ 0,04	≤ 0,01	≤ 0,005	0,035 à 0,065	≤ 0,01	≤ 0,005		0,9	Ce nickel est faiblement actif au magnésium
225	≥ 99	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,08	0,15 à 0,25	≤ 0,008	0,01 à 0,1		≤ 0,005			Ce nickel est actif au silicium

Tableau XX. — Deux types de nickels carbonés pour anodes.

Deux nickels	Ni + Co	Cu	Fe	Mn	Mg	Ti	Si	S	C
Nickel 330	≥ 99	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,3	0,01 à 0,1	≤ 0,005	≤ 0,1	≤ 0,008	≤ 0,1
Nickel A	≥ 99	≤ 0,25	≤ 0,4	≤ 0,35	≤ 0,20	≤ 0,01	≤ 0,15

2,206. Traitements de nettoyage chimique. — Pour le décapage, tremper d'abord dans l'acide chlorhydrique pur à 60 °C, puis dans le mélange sulfonitrique composé de 400 cm³ d'acide sulfurique à 95,95 %, 400 cm³ d'acide nitrique à 62 % et de 200 cm³ d'eau distillée.

Le nickel peut se brillanter électrolytiquement dans les conditions suivantes : bain composé de 1 000 cm³ d'acide orthophosphorique à 97,5 % (66 °B) et de 240 g d'acide chromique. Température d'utilisation 20 à 25 °C — cathode en nickel. Densité de courant 1 A/cm² en courant continu. Tension maximale 10 V.

2,207. Méthodes de soudage et de brasage. — Le nickel se soude très bien par points (§ 9,2) et se brase également très bien ; se défier toutefois de la formation d'alliages à point de fusion abaissé (§ 9,1).

L'atmosphère de brasage pourra être le vide ou une atmosphère réductrice ou neutre, mais exempte de soufre.

2,208. Formes commercialisées. — Billettes, barres, bandes, planches, tiges, tubes, fils, poudre, grillages et toiles.

2,21. Nickels faiblement alliés pour cathodes à oxydes.

2,211. Composition chimique. — Le choix du nickel de base d'une cathode à oxydes est fondamental, mais souvent délicat. La composition chimique est d'une importance capitale. Le tableau XIX donne la composition et l'usage particulier de quelques alliages de nickel utilisés pour la réalisation de supports d'oxydes pour cathodes.

Remarques :

— A la température de fonctionnement des cathodes à oxydes, le nickel 202 a une résistance mécanique supérieure à celle des autres alliages.

— Le nickel 225 contient une quantité de silicium importante qui facilite grandement l'activation des cathodes, mais provoque rapidement la formation d'une couche d'orthosilicate de baryum à l'interface nickel-couche d'oxydes, formant ainsi une impédance parasite anormale dans le circuit de cathode.

Le nickel 225 donne de bons résultats pour les cathodes fonctionnant en impulsions.

— Le chrome, le fer en toutes proportions et le manganèse en quantité > 0,2 % sont nuisibles à la qualité de l'émission.

— L'aluminium et le magnésium sont favorables à l'obtention d'une émission éle-

vée, mais moins stable que celle, plus faible, obtenue à l'aide d'une base en nickel passif.

Il faudra en outre se défier d'un recuit de dégazage à trop haute température, qui évaporerait, au moins en surface, ces deux métaux relativement volatils. Pour cette dernière raison, les nickels actifs à l'aluminium et au magnésium peuvent causer des mauvais isolements interélectrodes si des précautions ne sont pas prises (§ 3,27).

2,212. Formes commercialisées.

- Fils de diamètre 0,07 à 2 mm environ
- Grillage en fils de 0,07 à 0,2 mm de diamètre
- Tôles et rubans
- Tiges Ø jusqu'à 20 mm
- Tubes roulés, soudés, rétirés ou tubes sans soudure.

2,213. Prix. — En 1967, environ 30 F/kg.

2,22. Nickels carbonés pour anodes.

Ces nickels (tabl. XX) sont constitués par un ruban ou une bande dont une (ou les deux faces) a été revêtue par carburation d'une couche de carbone d'épaisseur 50 à 80 μ environ, afin d'augmenter la puissance dissipée par rayonnement (cf Form. E 228). La surface peut être, au choix, brillante ou mate.

Ce matériau peut être mis en forme par découpe, pliage, sertissage, agrafage, etc.

Pour le souder par points, il est nécessaire de mettre à vif le nickel support en retirant la surface carburée, par exemple, par abrasion.

Le nickel support est généralement moins pur que le nickel pour cathode : il contient en particulier davantage de manganèse.

2,23. Alliages nickel-manganèse.

Ces alliages, qui restent plus raides à chaud que le nickel, sont utilisés principalement pour la fabrication de montants, voire de fils, pour grilles de tubes type miniature ou subminiature (fig. 10).

Les deux alliages les plus utilisés contiennent 2 à 5 % de manganèse. Voici une composition type de ces alliages :

Ni + Co	Mn	Si	Cu	Fe	S
93,5 à 97 %	2 à 5 %	0,25 %	0,2 %	0,45 %	0,02 %

Température de fusion : 1 450 à 1 455 °C
 Conductivité thermique à 20 °C : 0,115 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹
 Coefficient de dilatation à 20 °C : 13,3.10⁻⁶

● **Caractéristiques mécaniques :**

à l'état adouci :

charge de rupture à la traction : 40 hbar
 allongement à la rupture : 25 %

à l'état écroui :

charge de rupture à la traction : 70 hbar
 allongement à la rupture : 4 %

Ces alliages sont livrés en fils de diamètres allant de 50 µ à 2 mm environ.

2,24. Niobium.

Cf vol. MÉTALLURGIE en M 553 *Niobium*.

2,241. Généralités. — Le niobium fait partie des métaux réfractaires utilisés en électronique et, dans bien des cas, il peut remplacer le tantale auquel il s'apparente. Par rapport à ce dernier, il possède une température de fusion inférieure, mais il a lui aussi des propriétés de getter intéressantes. Il peut être utilisé comme jupe de cathode, élément de grille, anode, écran, etc.

2,242. Composition chimique (en %).

Niobium	> 99,8	Fer	≤ 0,01
Tantale	≤ 0,10	Carbone	≤ 0,02
Silicium	≤ 0,03	Titane	≤ 0,002

2,243. Propriétés chimiques particulières. — Le niobium est très avide d'hydrogène qui le rend extrêmement cassant. Il faudra donc éviter de lui faire subir tout traitement thermique sous hydrogène. L'oxydation et la nitruration deviennent sensibles, respectivement vers 300 °C et 400 °C.

2,244. Propriétés physiques et caractéristiques mécaniques. — Cf vol. MÉTALLURGIE en M 553 *Niobium*.

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Variation du module d'élasticité et de la charge de rupture en fonction de la température : cf Form. E 228

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Taux d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228

2,245. Usinage et mise en forme. — Cf § 2,265 et article M 553 § 9 du traité MÉTALLURGIE.

2,246. Traitements thermiques. — Les traitements thermiques doivent être effectués obligatoirement sous vide.

Traitement d'adoucissement : 1 050 °C.

Traitement de dégazage : le niobium est très difficile à dégazer correctement, il faut atteindre au moins 1 900 °C et un vide meilleur que 1,35.10⁻⁵ Pa (10⁻⁷ torr).

2,247. Traitements de nettoyage chimique.

— trempé dans le mélange fluo-nitrique suivant :

acide fluorhydrique 200 cm³

acide nitrique 400 cm³

eau distillée 400 cm³

— une autre possibilité est d'utiliser un bain de fluorure d'ammonium.

2,248. Méthodes de soudage et de brasage. — Le niobium se soude par points (cf § 9,2) ; il se brase bien sous vide. Il se soude également bien par bombardement électronique (cf § 9,3).

2,249. Formes commercialisées. — Billettes de diamètre maximal 90 mm, barres, tiges, plaques d'épaisseur 25 µ à 4 mm, tubes, fils, diamètre minimal 20 µ, poudre.

2,2499. Prix. — En 1967, de 1 100 à 1 500 F/kg.

2,25. Tantale.

Cf vol. MÉTALLURGIE en M 556 *Tantale*.

2,251. Généralités. — Le tantale est un métal réfractaire, malléable et ductile, très utilisé dans l'industrie des tubes électroniques pour la fabrication de cathodes, d'anodes, de grilles, de filaments et de supports d'électrodes. C'est également un bon getter (§ 4).

2,252. Composition chimique (en %).

Tantale	> 99,8	Nickel	≤ 0,005
Niobium	≤ 0,01	Aluminium	≤ 0,005
Silicium	≤ 0,002	Cuivre	≤ 0,001
Fer	≤ 0,01	Chrome	≤ 0,005
Carbone	≤ 0,01		

2,253. Propriétés chimiques particulières. — Le tantale est un bon getter à partir de 700 °C ; il commence à s'oxyder dès 400 °C. Il absorbe l'oxyde carbonique et l'azote à partir de 600 °C et l'hydrogène à partir de 700 °C. La vapeur d'eau attaque le tantale rapidement à 700 °C. De petites quantités de ces différents gaz rendent le tantale fragile et cassant. Pour cette raison, tous les traitements thermiques doivent être effectués sous bon vide (≤ 1,35.10⁻⁴ Pa, soit 10⁻⁶ torr).

2,254. Propriétés physiques.

Structure cristalline : cubique centré

Paramètre du cristal : 0,33 nm (3,3 Å)

Densité : 16,6

Température de fusion : 2 996 °C

Conductivité thermique à 20 °C : 0,130 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹

Conductivité thermique en fonction de la température :

cf Form. E 228

Chaleur massique : 0,036 cal.g⁻¹.deg⁻¹

Coefficient de dilatation thermique à 20 °C : 6,5.10⁻⁷

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Résistivité à 20 °C : 12,4 µΩ.cm

Coefficient de température de la résistivité : 38,2.10⁻⁴

Résistivité électrique en fonction de la température :

cf Form. E 228

Travail de sortie : 4,1 eV

Emission thermoélectronique saturée : cf Form. E 228.

Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Puissance rayonnée en fonction de la température : cf Form. E 228

Caractéristiques mécaniques :

à l'état adouci :

Dureté Rockwell E 60

Variation module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Charge de rupture à la traction : 35 hbar

Charge de rupture en fonction de la température : cf Form. E 228

Allongement à la rupture 40 %

à l'état écroui :

Dureté Rockwell B 103

Charge de rupture à la traction 110 hbar

Allongement à la rupture 2 %

Module d'élasticité : 19 000 hbar

2,255. Usinage et mise en forme. — Le tantale s'emboutit, se repousse aisément.

Il se tourne à l'aide d'outils en acier rapide : vitesse de coupe 15 à 18 m/mn ; profondeur de coupe 0,4 à 1,5 mm ; avance 0,2 à 0,3 mm par tour pour les passes d'ébauche et 0,13 mm au maximum par tour pour les passes de finition.

2,256. Traitements thermiques.

Recuit d'adoucissement : 1 050 °C sous un vide meilleur que $1,35 \cdot 10^{-4}$ Pa (10^{-6} torr).

Recuit de dégazage : 2 000 °C sous un vide meilleur que $1,35 \cdot 10^{-5}$ Pa (10^{-7} torr).

2,257. Traitements de nettoyage chimique. — Les traitements sont les mêmes que pour le niobium (§ 2,247).

2,258. Traitements de scellement et de soudage. — Le tantale se soude bien par points, de préférence à l'abri de l'air (sous liquide protecteur : alcool ou tétrachlorure de carbone) (§ 9,2).

Le tantale se soude bien par bombardement électronique (§ 9,3).

2,259. Formes commercialisées. — Billettes de diamètre maximal 90 mm, barres, tiges, planches d'épaisseur 6 μ à 5 mm, tubes, fils de diamètre 15 μ au minimum, poudre.

2,2599. Prix. — En 1967, de 800 à 900 F/kg.

2,26. Titane.

Cf vol. MÉTALLURGIE en M 557 *Titane*.

2,261. Généralités. — Le titane a été introduit dans la construction des tubes électroniques du fait de ses propriétés de getter, de sa facilité de scellement aux céramiques (§ 11,22) et de ses qualités anti-émissives (sauf s'il est oxydé). C'est un métal non magnétique ayant des faibles conductivités électrique et thermique ; il est risqué d'utiliser le titane pour réaliser des éléments de support soumis à des charges élevées à chaud, car il flue notablement au-dessus de 400 °C.

Enfin, les caractéristiques connues diffèrent beaucoup suivant les documents d'où elles sont extraites ; cela est dû peut-être à la difficulté de maintenir le titane dans un état de grande pureté.

2,262. Composition chimique (en %).

Titane	$\geq 99,7$	Magnésium	$< 0,025$
Fer	$\leq 0,1$	Tungstène	$\leq 0,01$
Manganèse	$\leq 0,05$	Molybdène	$\leq 0,01$
Carbone	$\leq 0,1$	Vanadium	$\leq 0,01$
Silicium	$\leq 0,04$	Oxygène	$\leq 0,05$
Soufre	$\leq 0,02$	Azote	$\leq 0,01$
Aluminium	$\leq 0,01$	Hydrogène	$\leq 0,035$
Chrome	$< 0,01$		

2,263. Propriétés chimiques particulières. — Le titane, ayant une tendance pyrophorique marquée, surtout à l'état divisé, il faudra l'usiner avec précautions. Il forme des composés stables avec l'oxygène et l'azote ; par contre, l'hydrogène, qui est absorbé jusqu'à 400 °C, est presque complètement libéré vers 500 °C sous vide. A l'air et à la température ambiante, le titane se recouvre d'une pellicule d'oxyde très fine (épaisseur d'une fraction de micron) très étanche, qui protège le métal sous-jacent.

Le titane est un bon getter (§ 4) ; de ce fait, tous les traitements thermiques devront s'effectuer sous bon vide (10^{-4} Pa) ou bien en atmosphère neutre (hélium, argon).

2,264. Propriétés physiques. — Le titane ne peut être durci que par écrouissage.

Il change de forme cristalline à partir de 850 °C, passant ainsi de la forme α hexagonale à la forme β cubique centrée.

Paramètre du cristal α : côté de l'hexagone : 0,296 nm (2,96 Å) ; hauteur du prisme : 0,468 nm (4,68 Å)

Densité : 4,507 à 4,55

Température de fusion : 1 690 à 1 725 °C

Conductivité thermique à 20 °C : $0,41 \text{ cal.cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{deg}^{-1}$

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form.

E 228

Chaleur massique : 0,126 à 0,139 cal.g⁻¹.deg⁻¹

Coefficient de dilatation à 20 °C : $85 \cdot 10^{-7}$

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form.

E 228

Résistivité à 20 °C : 47,8 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$

Résistivité en fonction de la température : cf Form. E 228

Coefficient de température de résistivité à 20 °C : $54 \cdot 10^{-4}$

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Caractéristiques mécaniques.

La présence d'oxygène et d'azote fragilise le titane en augmentant sa dureté et en diminuant son allongement à la rupture.

à l'état recuit :

Module d'élasticité : 12 000 hbar

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Dureté Rockwell G 76

Charge de rupture à la traction : 56 hbar

Charge de rupture à la traction en fonction de la température : cf Form. E 228

Allongement à la rupture : 26 %

Charge à la limite élastique : 44 hbar

à l'état écroui :

Dureté Rockwell G 92

Charge de rupture à la traction : 100 hbar

Allongement à la rupture : 1 %

Charge à la limite élastique : 80 hbar

2,265. Usinage et mise en forme. — Le titane peut s'emboutir à l'état adouci ; il peut se percer, se fraiser, se tourner avec des outils en acier rapide.

Les passes de dégrossissage au tour peuvent s'effectuer avec une vitesse de coupe de 10 m/mn, la profondeur de passe étant d'environ 6 mm et l'avance de 0,75 mm/tr.

Pour la finition, prendre une profondeur de passe de 0,4 mm et une avance de 0,37 mm/tr. Les outils doivent être maintenus bien coupants.

Pour tous les usinages qui réduisent le métal en copeaux ou en poudre, prendre bien garde aux risques d'explosion. L'utilisation abondante de lubrifiant limitera les risques.

2,266. Traitements thermiques. — Tous ces traitements seront effectués sous gaz neutre ou, de préférence, sous bon vide (10^{-4} Pa) :

— recuit d'adoucissement à partir de 400 °C et au-delà ;

— recuit de dégazage vers 1 000 °C sous vide aussi poussé que possible.

Il faut se souvenir que le changement de structure cristalline à 850 °C s'accompagne d'une modification de l'état de surface, les cristaux ayant tendance à se déniveler.

Au cas où des pièces de dimensions précises devraient être obtenues, il serait souhaitable de réusiner la surface à très faible vitesse et à sec.

2,267. Traitements de nettoyage chimique. — Nettoyage par trempé dans le bain suivant :

acide nitrique à 62 % 300 cm³

acide fluorhydrique à 40 % 200 cm³

acide chlorhydrique 900 cm³

eau distillée 500 cm³

2,268. Méthodes de scellement et de soudage (cf § 9,2). — Le titane se soude bien par points ; une goutte d'alcool, d'eau ou de tétrachlorure de carbone déposée à l'emplacement de la soudure protège le métal contre l'oxydation pendant l'opération ; il se soude aussi très aisément par bombardement électronique et aussi à l'ar-

gon-arc mais, dans ce cas, en atmosphère confinée d'argon, car le jet d'argon de la torche de soudure est insuffisant.

Le titane se brase également très bien à lui-même, à d'autres métaux, aux céramiques, mais il faudra bien prendre garde à la formation d'eutectiques ou d'alliages à point de fusion réduit avec le métal de la brasure ou de toute pièce contiguë (880 °C avec le cuivre, 950 °C avec le nickel, etc., § 9,1).

2,269. Formes commercialisées. — Billettes, barres diamètre maximal 120 mm, planches épaisseur maximale 20 mm, rubans, tubes, tiges, fils, éponge, poudre (dans ce cas un liquide protecteur est désirable pour empêcher les risques d'explosions, ou bien le titane est livré sous forme d'hydrure qui est beaucoup plus stable et qui se transforme aisément en titane par simple recuit sous vide vers 550 °C).

2,2699. Prix. — En 1967, environ 100 F/kg.

2,27. Tungstène non allié.

2,270. Généralités. — Le tungstène possède des propriétés extrêmement utiles : c'est le métal le plus réfractaire connu ; sa pression de vapeur est très faible ; ses propriétés mécaniques à chaud sont bonnes et il est facile à dégazer. Le tungstène n'est pas magnétique. Son emploi est limité du fait de la difficulté de l'usiner, de son prix élevé et d'une fragilité supérieure à celle du molybdène.

Pourtant, il est difficilement remplaçable pour beaucoup d'applications : éléments chauffants pour cathodes équipotentielles, filaments émissifs, supports et fils de grille, supports divers réfractaires, passages conducteurs, etc.

Le tungstène existe sous forme compacte (étanche) ou poreuse ; dans ce dernier cas, il est utilisé comme support émissif de cathodes type LEVI (§ 5).

Il est également employé à l'état faiblement allié (dopé) ou fortement allié : tungstène-molybdène (§ 2,194) ou tungstène-rhénium (§ 2,29).

2,271. Composition chimique. — Tableau XXI.

Tableau XXI. — Composition de trois tungstènes.			
Éléments	Tungstène obtenu par frittage %	Tungstène refondu à l'arc %	Tungstène pyrolytique %
Tungstène	≥ 99,9	≥ 99,92	≥ 99,99
Carbone	≤ 0,01	≤ 0,005	
Molybdène	≤ 0,01	≤ 0,01	
Aluminium	≤ 0,003	≤ 0,001	
Fer	≤ 0,002	≤ 0,003	
Chrome	≤ 0,002	≤ 0,001	
Nickel	≤ 0,002	≤ 0,001	
Cuivre	≤ 0,002	≤ 0,000 5	
Magnésium	≤ 0,002	≤ 0,001	
Manganèse	≤ 0,002	≤ 0,001	
Silicium	≤ 0,002	≤ 0,002	
Titane	≤ 0,002	≤ 0,000 5	

2,272. Propriétés chimiques particulières. — Le tungstène s'oxyde dans l'air dès 400 °C ; au-delà, il se forme de l'anhydride tungstique WO₃. Il se carbure dès 1 400 °C par chauffage dans un lit de graphite en poudre.

Les réactions suivantes se produisent avec les quelques corps chimiques ci-après :

- CO : début de carburation vers 1 400 °C
- CO₂ : oxydation au-dessus de 1 200 °C

- N₂ : nitruration vers 2 300 °C
- H₂ : pas de réaction jusqu'à la fusion
- Hg : pas d'amalgamation.

2,273. Propriétés physiques. — Les propriétés suivantes : densité, résistivité, caractéristiques mécaniques, varient notablement suivant le travail de forgeage ou de corroyage, ainsi que les traitements thermiques subis par le métal depuis son élaboration.

Structure cristalline : cubique centrée
Paramètre du cristal : 0,316 mm (3,16 Å)

Densité : 19,30 (peut varier de 18 à 19,35 suivant l'état de forgeage du métal)

Température de fusion : 3 380 °C environ

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

Conductivité thermique à 20 °C : 0,31 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Résistivité électrique à 20 °C : 5,5 μΩ.cm

Résistivité électrique en fonction de la température : cf Form. E 228

Travail de sortie : 4,56 eV

Emission thermoélectronique saturée en fonction de la température : cf Form. E 228

Coefficient d'émission secondaire à 20 °C : cf Form. E 228

Coefficient de dilatation à 20 °C : 4,44.10⁻⁶

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Puissance rayonnée en fonction de la température : cf Form. E 228

Propriétés mécaniques : les chiffres qui suivent sont donnés à titre indicatif :

Dureté Brinell :

à l'état fritté 200

à l'état de tôle laminée de 1 mm d'épaisseur, écrouie 488

à l'état affiné par fusion de zone 328

Charge de rupture à la traction : 35 à 480 hbar, suivant l'état du métal

Charge de rupture à la traction en fonction de la température : cf Form. E 228

La figure 22 indique la variation de la charge de rupture à la traction des fils en fonction du diamètre.

Charge à la limite élastique pour un fil de diamètre compris entre 0,5 et 1 mm :

à l'état adouci recristallisé 80 hbar environ

à l'état écroui 150 hbar

Module d'élasticité : 41 500 hbar

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Propriétés émissives : cf § 5.

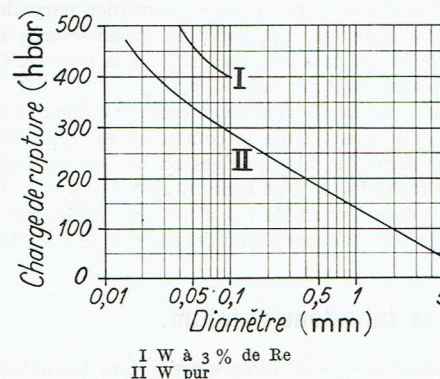


Fig. 22. — Charge de rupture à la traction en fonction du diamètre du tungstène pur en fils, et du tungstène à 3 % de rhénium.

2,274. Usinage et mise en forme. — Le tungstène possède avec plus d'acuité les défauts de fragilité du molybdène (§ 2,195).

Il faut se souvenir que le tungstène est un métal fragile du fait que les cristaux sont beaucoup plus solides que les liaisons inter-cristallines, et que les ruptures dans le métal se produisent aux joints

MATÉRIAUX CONDUCTEURS

de grains. De ce fait, le métal, dans son état complètement adouci, présente des cristaux de grandes dimensions, peu enchevêtrés, et il casse facilement en cours de mise en forme, rappelant en cela le molybdène.

Le tungstène doit être embouti, roulé, coudé, découpé à chaud.

Conditions d'usinage par tournage recommandées : outil en carbure de tungstène - vitesse de coupe 9 à 12 m/mn - avance 0,075 à 0,150 mm/tr - profondeur de coupe 0,250 à 0,33 mm.

Pour le *perçage*, il faut utiliser un foret à pointe en carbure de tungstène ; il faudra prendre garde, au débouché du trou, d'écailler le métal ; si possible, il faudra percer à la *retourne* ; la vitesse de coupe recommandée est de 3 à 6 m/mn. Ne pas lubrifier.

Enfin, il ne faut pas oublier le procédé de *pyrolyse* qui, bien que de prix de revient élevé, permet de réaliser des pièces de formes compliquées ou impossibles à obtenir par les procédés classiques ; ces pièces peuvent être suffisamment étanches au vide pour être utilisées comme éléments d'enceintes.

2,275. Traitements thermiques.

Dégazage : le tungstène peut être dégazé sous hydrogène sec ou sous vide entre 800 et 1 000 °C.

Température de recristallisation (fragilisation) : à partir de 1 000 °C.

2,276. Traitements de nettoyage chimique. — Le bain électrolytique suivant convient bien :

- potasse caustique 240 g
- eau distillée 1 000 cm³
- électrode en graphite ; tension alternative 50 Hz - 3 V.

2,277. Méthodes de scellement ou de soudage. — Le tungstène se brase bien sous hydrogène ou sous vide (cf : quelques brasures usuelles, tableau VI) et peut se souder par points en prenant les précautions indiquées § 9,2.

2,278. Formes commercialisées. — Planches épaisseur 2 à 3 mm, tubes, barres, tiges, fils jusqu'à 3 μ de diamètre min., poudre, corps poreux pour cathodes type LEVI (porosité comprise généralement entre 17 et 21 %), dimensions max. jusqu'à 150 × 150 × 40 mm.

2,279. Prix.

En 1967, 600 à 800 F/kg pour le tungstène massif (les fils très fins coûtent plus cher).

600 F/kg (environ) pour le tungstène poreux.

2,28. Tungstène faiblement dopé.

Cf § 2,270.

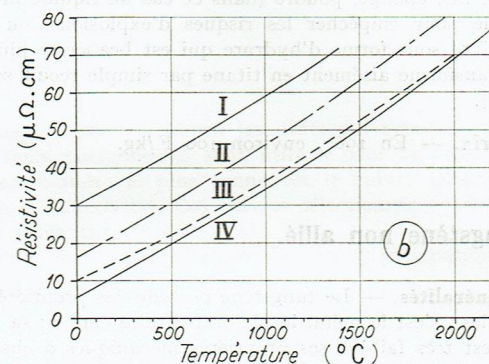
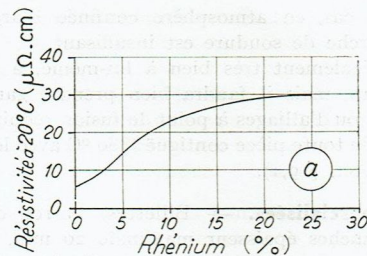
Certaines adjonctions permettent de remédier partiellement à la fragilité du tungstène en s'opposant au grossissement exagéré du grain ; parmi celles-ci : la silice, l'alumine et la thorine. Ces adjonctions sont efficaces en quantités $\leq 0,1$ %.

Il faut noter que la thorine augmente grandement l'émissivité du tungstène et il existe dans le commerce un type de tungstène dit *thorié*, sous forme de fils, de tiges ou de bandes, utilisé pour la fabrication de cathodes (§ 5 et form. E 228). Dans ce cas, la teneur en thorine va généralement de 0,6 à 2 % en poids, mais, pour ces teneurs, le métal est beaucoup plus fragile que le tungstène pur.

2,29. Alliages tungstène-rhénium.

2,291. Généralités. — Ces alliages présentent l'avantage de diminuer notablement la fragilité du tungstène pur. C'est ainsi qu'un alliage contenant 25 % de rhénium possède un allongement à la rupture allant jusqu'à 20 % après un recuit à 1 500 °C (alors que l'allongement du tungstène pur est à peu près nul), et une charge de rupture, après un recuit à 1 000 °C, double de celle du tungstène pur.

La résistivité électrique est plus élevée que celle du tungstène pur, mais le coefficient de température est plus faible (fig. 23).



I W à 26 % de Re III W à 3 % de Re
II W à 5 % de Re IV W pur

Ⓐ en fonction de la teneur en rhénium à 20 °C Ⓑ en fonction de la température

Fig. 23. — Résistivité des alliages tungstène-rhénium.

Ces propriétés sont importantes pour la fabrication de filaments chauffants ; en effet, par rapport au tungstène pur, le courant de pointe lors de l'allumage est diminué ; de plus, pour une même puissance de chauffage, la section du filament est augmentée, d'où une solidité mécanique plus élevée et une surface de rayonnement plus grande, ce dernier point diminuant la température de fonctionnement.

Le gros inconvénient de ces alliages, qui n'existent actuellement que sous forme de fils, est leur prix très élevé (il peut être d'environ cinq fois le prix du fil de tungstène équivalent), proportionnel à la teneur en rhénium.

Trois alliages semblent être plus particulièrement utilisés : 3 %, 5 % et 26 % de rhénium.

2,292. Caractéristiques particulières.

Densité : 19,1 pour l'alliage à 3 % de rhénium

Résistivité électrique en fonction de la température et de la teneur en rhénium : cf fig. 23

Charge de rupture pour les fils : environ 20 % supérieure aux fils en tungstène pur de même diamètre (cf fig. 22).

2,30. Zirconium.

2,301. Généralités. — Le zirconium possède des caractéristiques qui rappellent celles du titane ; il n'est pas magnétique ; c'est un getter ; il possède des propriétés anti-émissives intéressantes qui le font employer comme revêtement fritté pour des anodes ou des grilles. Sa tenue mécanique est cependant médiocre.

Il a une nette tendance au fluage à chaud. De ce fait, peu de pièces jouant un rôle mécanique sont réalisées en zirconium en dépit de sa facilité de scellement aux céramiques (§ 11,22) et de son coefficient de dilatation bien accordé à celui des alumines.

2,302. Composition chimique (en %).

Zirconium	> 99,5	Aluminium	$\leq 0,01$
Fer	$\leq 0,05$	Manganèse	$\leq 0,03$
Carbone	$\leq 0,03$	Hydrogène	< 0,001
Chrome	$\leq 0,02$	Magnésium	< 0,001
Hafnium	$\leq 0,02$	Titane	< 0,002

2,303. Propriétés chimiques. — Le zirconium est très pyrophorique à l'état divisé et devra en conséquence être manipulé avec précaution lorsqu'il est sous forme de poudre ; de même, son usinage, qui le mettra sous forme de copeaux minces, devra éviter toute surchauffe risquant de provoquer une explosion.

Il a une grande affinité pour l'oxygène et l'azote ; il absorbe l'hydrogène au-dessous de 800 °C et le relâche au-dessus et sous vide.

Il absorbe lentement le CO et le CO₂ vers 400 °C.

2,304. Propriétés physiques.

Structure cristalline : hexagonale compacte (α) au-dessous de 860 °C, cubique centrée au-dessus (β)

Paramètre du cristal α : côté de l'hexagone 0,323 nm (3,23 Å) ; hauteur du prisme 0,513 nm (5,13 Å)

Densité : 6,5

Point de fusion : 1 850 °C

Conductivité thermique à 20 °C : 0,040 cal.cm⁻¹.s⁻¹.deg⁻¹

Conductivité thermique en fonction de la température : cf Form. E 228

Chaleur massique : 0,068 cal.g⁻¹.deg⁻¹

Coefficient de dilatation à 20 °C : 52.10⁻⁷

Allongement thermique en fonction de la température : cf Form.

E 228

Résistivité à 20 °C : 46 $\mu\Omega$.cm

Coefficient de température de résistivité à 20 °C : 40.10⁻⁴ deg⁻¹

Résistivité électrique en fonction de la température : cf Form.

E 228

Travail de sortie : 4,13 eV

Tension de vapeur en fonction de la température : cf Form. E 228

● **Caractéristiques mécaniques à 20 °C :**

à l'état adouci :

Module d'élasticité : 8 000 hbar

Module d'élasticité en fonction de la température : cf Form. E 228

Dureté Rockwell B 30

Charge de rupture à la traction : 26 hbar

Charge de rupture en fonction de la température : cf Form. E 228

Allongement à la rupture : 30 %

Charge à la limite élastique : 14 hbar

à l'état écroui :

Module d'élasticité : 11 000 hbar

Dureté Rockwell B 87

Charge de rupture à la traction : 61 hbar

Allongement à la rupture : 18 %

Charge à la limite élastique : 50 hbar

2,305. Usinage et mise en forme. — Le zirconium s'emboutit très facilement ; il s'usine avec des outils en acier rapide au carbure, mais il faudra se méfier des risques d'explosion en évitant de provoquer des échauffements excessifs et en lubrifiant abondamment.

Pour le *tournage*, prendre les valeurs suivantes : vitesse de coupe 35 m/mn - avance 0,13 à 0,17 mm/tr - profondeur 0,4 à 1,5 mm.

2,306. Traitements thermiques. — Du fait des propriétés de getter du zirconium, les traitements thermiques devront être réalisés sous bon vide (10⁻⁴ Pa).

Le recuit d'adoucissement peut s'effectuer vers 800 °C.

La température des recuits de dégazage doit être supérieure à 1 100 °C. Il faut cependant se souvenir que les oxydes et nitrures de zirconium sont extrêmement stables et difficiles à dissocier.

Enfin, lorsque les pièces à recuire doivent conserver des dimensions précises, il sera bon de les soutenir par un montage qui limitera les déformations à chaud, ces dernières provenant de sa médiocre tenue mécanique et du changement de structure cristalline qui intervient vers 800 °C.

2,307. Traitements de nettoyage chimique. — Décapage par trempé dans le bain suivant :

acide fluorhydrique à 48 % : 50 cm³

acide nitrique (densité 1,42) : 450 cm³

eau distillée : 500 cm³

2,308. Méthodes de soudage et de brasage. — Le zirconium peut être soudé à l'arc ou par points et brasé, uais en atmosphère protectrice, en prenant les mêmes précautions qu'avec le titane (§ 2,268).

2,309. Formes commercialisées. — Billettes, barres, planches épaisseur 10 μ à 20 mm, rubans, tubes, tiges, fils diamètre minimal 15 μ , poudre (sous cette dernière forme il faudra prendre les mêmes précautions que pour le titane : § 2,269). Il est souhaitable d'utiliser la poudre sous forme d'hydrure de zirconium.