



HAL
open science

Nouveaux alliages Fe-Co magnétiques pour l'aéronautique, à microstructure partiellement recristallisée et à texture fortement orientée

Brahim Nabi

► **To cite this version:**

Brahim Nabi. Nouveaux alliages Fe-Co magnétiques pour l'aéronautique, à microstructure partiellement recristallisée et à texture fortement orientée. Autre. Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français. NNT : 2014PA112018 . tel-02003337

HAL Id: tel-02003337

<https://theses.hal.science/tel-02003337>

Submitted on 1 Feb 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE DE CHIMIE

Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay

Laboratoire de *Physico-Chimie de l'Etat Solide*

Spécialité Chimie des matériaux

THÈSE DE DOCTORAT

Soutenue le 27/01/2014

Par

Brahim NABI

**Nouveaux alliages Fe-Co magnétiques pour
l'aéronautique, à microstructure partiellement
recristallisée et à texture fortement orientée.**

Membres de jury

Présidente
Rapporteurs

Michèle GUPTA
Pascal PAILLARD
Djamel BRADAI

Professeur (Université Paris-Sud)
Professeur (Polytech Nantes)
Professeur (Université USTHB)

Examineur
Directeur de thèse
Co-directrice de thèse
Encadrant industriel

Jean-Luc BECHADE
Thierry BAUDIN
Anne-Laure HELBERT
Thierry WAECKERLE

Directeur de recherche (CEA de Saclay)
Directeur de recherche (Université Paris-Sud)
Maître de conférences (Université Paris-Sud)
Ingénieur R&D (Aperam Alloys Imphy)

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide (LPCES) de l'Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay (ICMMO). Il a fait l'objet d'un partenariat entre le LPCES et le centre de recherche d'Aperam Alloys Imphy R&D (ArcelorMittal).

Je tiens tout d'abord à remercier du fond du cœur mes deux directeurs de thèse, madame Anne-Laure Helbert, maître de conférences et monsieur Thierry Baudin, directeur de recherche au CNRS, pour avoir encadré ce travail avec tant de disponibilité et d'efficacité. Je les prie de croire à ma profonde reconnaissance et à ma sincère gratitude pour leurs directives judicieuses et leurs aides rigoureuses pour mener à bien ce travail. Ils ont su parfaitement me guider et me former pour trouver ma voie et réaliser ma thèse.

J'aimerais remercier également monsieur Thierry Waeckerle, Ingénieur R&D à Aperam Alloys Imphy (ArcelorMittal), pour avoir encadré et corrigé de façon judicieuse mes travaux de thèse.

Je tiens à remercier sincèrement Mme Michèle Gupta, Professeur à l'université Paris-Sud, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Merci également à monsieur Pascal Paillard, Professeur à Polytech Nantes et monsieur Djamel Bradai, Professeur à l'université USTHB, Alger, de m'avoir fait l'honneur de rapporter cette thèse de doctorat.

Je tiens aussi à remercier monsieur Jean-Luc Béchade, directeur de recherche au CEA de Saclay pour avoir accepté d'examiner ces quelques années de travail en participant à mon jury de thèse.

J'adresse un grand merci à monsieur Francois Brisset, Ingénieur de recherche au CNRS et responsable du service de microscopie de l'ICMMO, pour la qualité des mesures EBSD qu'il a réalisées avec patience.

Je tiens à remercier vivement monsieur Rémy Battonnet, Technicien R&D à Aperam Alloys Imphy (ArcelorMittal), pour sa disponibilité et pour m'avoir fourni tous les échantillons qui ont fait l'objet de ce travail de thèse.

Mes remerciements vont également à Madame Hiba Azzeddine, docteur à l'université USTHB, Alger, pour toutes les simulations de texture qu'elle a faites avec tant de rapidité.

Je tiens également à saluer monsieur Jocelyn Hoarau, notre très cher « homme à tout faire » du laboratoire avec qui j'ai passé d'excellentes pauses-café et déjeuners, à parler de sujets diversifiés et c'est peu de le dire.

Je salue également toutes les personnes, chercheurs, thésards, stagiaires que j'ai eu le plaisir de côtoyer pendant ces trois années.

Enfin, je remercie vivement ma famille de m'avoir fait confiance durant tout mon parcours. Je leur suis très reconnaissant.

Tables de Matières

| | |
|--|-----------|
| <i>INTRODUCTION GENERALE ET OBJECTIFS</i> | 8 |
| CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE..... | 12 |
| I.1. Alliages Fe-Co | 12 |
| I.1.1 Introduction | 12 |
| I.1.2 L'alliage binaire Fe-Co | 13 |
| I.2. Alliage Fe-49%Co-2%V | 13 |
| I.2.1 Réaction ordre/désordre de l'alliage Fe-Co | 14 |
| I.2.2 Effet de l'ajout du vanadium | 15 |
| I.2.3 Texture de l'alliage Fe-49%Co-2%V | 17 |
| I.2.4 Propriétés magnétiques de l'alliage Fe-49%Co-2%V | 18 |
| I.2.4.1 L'aimantation à saturation | 18 |
| I.2.4.2 Champs coercitif | 19 |
| I.2.4.3 Perméabilité | 20 |
| I.2.4.4 Effet de la microstructure sur les propriétés magnétiques | 20 |
| I.2.5 Propriétés mécaniques de l'alliage Fe-49%Co-2%V | 21 |
| I.2.5.1 Limite d'élasticité | 21 |
| I.3. Alliage Fe-27%Co | 27 |
| I.3.1 Introduction | 27 |
| I.3.2 Développement et origine de la texture de Goss | 28 |
| I.3.3 Développement de la texture de déformation {111}<112> | 30 |
| I.3.4 Systèmes de glissement | 31 |
| I.4. Recristallisation dans les matériaux CC | 33 |
| I.4.1 Les mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid 34 | |
| I.4.1.1 La restauration | 34 |
| I.4.1.2 La recristallisation | 36 |
| CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES | 41 |
| II.1. Matériaux étudiés | 41 |
| II.1.1 AFK502 (alliage Fe-49%Co-2%V) | 41 |
| II.1.2 AFK1 (Alliage Fe-27%Co) | 42 |
| II.2. Techniques expérimentales | 42 |
| II.2.1 Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction : EBSD) | 42 |
| II.2.2 Diffraction des rayons X | 45 |
| II.2.3 Mesure du taux d'ordre par diffraction des neutrons | 46 |
| II.2.4 Mesure des pertes magnétiques | 47 |
| II.2.5 Mesure des propriétés mécaniques | 48 |

| | |
|--|-----|
| II.2.6 Identification des systèmes de glissement activés | 49 |
| II.2.6.1 Simulation VPSC (Visco-plastic self-consistent model) | 49 |
| II.2.6.2 Calcul des angles entre les traces de glissement et les directions de sollicitation, en utilisant les angles d'Euler | 50 |
| | |
| CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION | 55 |
| | |
| III.1. AFK502 | 55 |
| III.1.1 Résultats | 55 |
| III.1.1.1 Evolution des propriétés magnétiques et mécaniques en fonction des traitements thermiques. | 55 |
| III.1.1.2 Evolution de la microstructure et de la texture en fonction des traitements thermiques. | 56 |
| III.1.1.3 Relation entre la microstructure et les propriétés magnétiques et mécaniques | 69 |
| III.1.2 Discussion | 78 |
| III.1.2.1 Evolution de la texture au cours de la recristallisation | 78 |
| III.1.2.2 Effet de la distance entre interfaces sur le champ coercitif | 80 |
| III.1.2.3 Effet de la distance entre interfaces sur la limite d'élasticité | 82 |
| III.1.2.4 Effet de l'ordre à grande distance sur la contrainte de friction | 84 |
| III.1.2.5 Compromis entre propriétés magnétiques et mécaniques de l'AFK502 | 86 |
| III.1.3 Conclusion | 88 |
| | |
| III.2. AFK1 | 89 |
| III.2.1 Résultats | 89 |
| III.2.1.1 Effet de la texture sur les propriétés magnétiques | 89 |
| III.2.1.2 Evolution de la texture et de la microstructure au cours des traitements thermomécaniques | 91 |
| III.2.1.3 Origine de la texture de Goss | 101 |
| III.2.2 Discussion | 118 |
| III.2.2.1 Origine de la texture de Goss | 118 |
| III.2.2.2 Origine et développement de la texture de laminage à froid | 122 |
| III.2.2.3 Développement de la texture de Goss au cours du recuit R2 | 123 |
| III.2.3 Conclusion | 126 |
| | |
| CONCLUSION GENERALE | 129 |
| | |
| PERSPECTIVES | 131 |
| | |
| RÉFÉRENCES | 135 |

***INTRODUCTION GENERALE
ET OBJECTIFS***

INTRODUCTION GENERALE ET OBJECTIFS

Les évolutions en cours dans l'aéronautique entraînent une forte augmentation de l'énergie électrique à bord des avions. Celle-ci est attrayante par son bon rendement de conversion. Il en résulte un fort développement du nombre des équipements électriques et de leur puissance, ayant notamment pour fonctions la génération et la transformation d'électricité, assurées respectivement par les générateurs et les transformateurs électriques. Les nouveaux gros porteurs comme le B787 de BOEING ont une puissance électrique embarquée supérieure à 1MW. Cette montée en puissance de l'électricité est l'un des leviers utilisés afin de réduire les prélèvements d'énergie au niveau des propulseurs et diminuer ainsi la consommation en carburant.

Ce travail de recherche entre dans le cadre d'un projet industriel 3MT (Matériaux Magnétiques pour des Machines et Transformateurs Electriques), qui consiste à élaborer des matériaux magnétiques doux capables d'accroître la compacité et la qualité de fonctionnement des équipements électriques sur les avions du futur. Deux matériaux, utilisés dans les équipements des avions, ont été étudiés : le Fe-49%Co-2%V pour les générateurs et le Fe-27%Co pour les transformateurs électriques.

Générateurs électriques

L'augmentation de la vitesse de rotation des machines permet d'augmenter leur puissance massique. Cependant, cette augmentation de la vitesse est limitée par la contrainte mécanique admissible dans les tôles magnétiques du rotor, actuellement en dessous de 500 MPa, pour de faibles pertes magnétiques, inférieures à 100W/kg (pour une fréquence de 400Hz, 1,5T). Un nouveau matériau Fe-49%Co-2%V, dénommé AFK502, a été développé chez Aperam Alloys Imphy. Il présente une limite d'élasticité supérieure à 600MPa, avec de faibles pertes magnétiques ($\leq 100\text{W/kg}$), pour une fréquence de 400Hz, 1,5T. Ce matériau AFK502, ayant subi un laminage à chaud suivi d'un laminage à froid puis d'un recuit au défilé, est un très bon candidat pour améliorer la puissance des générateurs électriques de l'avion du futur. L'objectif scientifique de notre recherche est de comprendre l'évolution des propriétés magnétiques et mécaniques en fonction de la microstructure, de la texture et de la mise en ordre de cet alliage, afin d'optimiser ses propriétés industrielles.

Transformateurs électriques

En raison de l'accroissement des charges électriques, la puissance et le nombre des transformateurs installés dans un avion augmentent. Il en résulte une demande accrue des avionneurs pour réduire le bruit émis par ce type d'équipements. Le bruit émis par les

transformateurs de puissance est dû au phénomène de magnétostriction et aux forces électromagnétiques dans les tôles magnétiques. La magnétostriction, qui est définie comme étant la réponse du matériau (déformation) à un champ magnétique, est liée à la nature de la tôle tandis que les forces électromagnétiques sont liées à la géométrie du circuit magnétique.

Un alliage Fe-27%Co, dénommé industriellement AFK1, est en cours de développement chez Aperam Alloys Imphy. Cet alliage industriel a pour intérêt principal une haute valeur d'aimantation à saturation (2,38T) pour une teneur modérée en cobalt (coût). Du fait de ses valeurs élevées de constante d'anisotropie magnétocristalline (K_1 de l'ordre de 45 kJ/m³) et de magnétostriction apparente à saturation (~ 35ppm), sa perméabilité est analogue à celle d'un acier électrique Fe-Si « non orienté » et bien moindre que celle de l'alliage Fe-49%Co-2%V, l'AFK502.

Il est connu que les bonnes propriétés magnétiques des alliages Fe-Si sont dues à la présence de la forte composante de texture {110}<001> appelée texture de Goss. Son développement dans les alliages Fe-Si a déjà été amplement étudié. La texture de Goss dans l'AFK1 résulte d'un procédé industriel comprenant un laminage à chaud suivi d'un premier recuit permettant le développement de la texture de Goss et de la composante Cube tournée au cours de la recristallisation. Par la suite, l'intensité de la texture de Goss est renforcée à l'aide d'un double laminage à froid avec un recuit intermédiaire, suivi de recuits de recristallisation. L'objectif scientifique de notre recherche est de comprendre l'origine et le développement de cette texture de Goss au cours des différentes étapes de fabrication. Cela nous permettra par la suite d'optimiser les propriétés magnétiques de cet alliage.

Chapitre I

Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans ce premier chapitre, nous exposerons l'état des connaissances actuelles sur deux sujets principaux : les propriétés magnétiques et mécaniques de l'alliage Fe-49%Co-2%V et le développement de la texture de Goss dans l'alliage Fe-27%Co. Puisque peu d'études ont porté sur le développement de la texture de Goss dans l'alliage Fe-27%Co, l'état des connaissances fera essentiellement référence aux travaux sur les alliages Fe-Si. Par ailleurs, sachant que les deux alliages étudiés sont de structure cubique centrée (CC), nous rappellerons brièvement les éléments de bases sur les mécanismes de restauration et de recristallisation dans les matériaux CC.

I.1. Alliages Fe-Co

I.1.1 Introduction

Les alliages Fe-Co présentent des propriétés magnétiques intéressantes : une haute température de Curie (rappelons que la température de Curie est la température à laquelle l'échantillon passe d'un état ferromagnétique vers un état paramagnétique, ainsi, cette température varie en fonction de la composition chimique [Che61]), une haute aimantation à saturation, une perméabilité élevée, une faible magnétostriction ainsi que de faibles pertes magnétiques [Sou05]. Ces propriétés magnétiques sont critiques pour certaines applications, comme pour les générateurs de puissance [Sun05]. Beaucoup de matériaux magnétiques doux existent, le choix du matériau pour une application donnée est basée sur : la température de Curie, la valeur de l'induction à saturation, le champ coercitif, la perméabilité, les propriétés mécaniques ainsi que le coût [Sun05]. Parmi les alliages magnétiques commercialisés, les alliages Fe-Co présentent de hautes valeurs d'induction à saturation et de hautes températures de Curie (Tableau I.1). Ces valeurs leur permettent d'être utilisés et favorisés par rapport à d'autres alliages dans beaucoup d'applications.

Tableau I.1 : Valeurs d'induction à saturation et de température de Curie pour des alliages magnétiques doux commercialisés [Sun05]

| Matériau | Induction à saturation (T) | Température de Curie (°C) |
|------------------------|----------------------------|---------------------------|
| Fe | 2,15 | ~ 770 |
| Fe-(30-50)%Co | 2,45 | ~ 920-985 |
| Fe-3%Si | 2,0-2,15 | ~ 730-760 |
| Acier faiblement allié | 1,9-2,0 | ~ 770 |
| Ni-Fe | 0,8-1,6 | ~ 250-500 |
| Fe ₃ Al | 1,14 | ~ 540 |

I.1.2 L'alliage binaire Fe-Co

Le diagramme d'équilibre de l'alliage Fe-Co est présenté sur la figure I.1 [Ohn02]. Le diagramme présente deux principaux domaines : un domaine où l'on trouve la phase austénitique γ de structure cubique à faces centrées (CFC) pour des températures comprises entre $\sim 940^\circ\text{C}$ et $\sim 1500^\circ\text{C}$, et un domaine ferritique se décomposant en deux : une phase α de structure CC pour des températures comprises entre 710 - 720°C et 940°C pour le Fe-49%Co et entre 520°C et 935°C pour l'alliage Fe-27%Co, et une phase α_2 ordonnée de structure B2 (CsCl) pour des températures inférieures à 710 - 720°C pour le Fe-49%Co et $\sim 540^\circ\text{C}$ pour le Fe-27%Co. Les valeurs des paramètres de maille ont été déterminées par Ohnuma et al. [Ohn02]. Ils ont montré que ce paramètre varie linéairement avec le pourcentage massique de Fe :

$$a_\gamma \text{ (nm)} = 0,35438 + 0,00010233 \times (\% \text{ Fe}) \quad (\text{I.1})$$

$$a_\alpha \text{ (nm)} = 0,28236 + 0,000064514 \times (\% \text{ Fe}) \quad (\text{I.2})$$

$$a_{\alpha_2} \text{ (nm)} = 0,28250 + 0,000064231 \times (\% \text{ Fe}) \quad (\text{I.3})$$

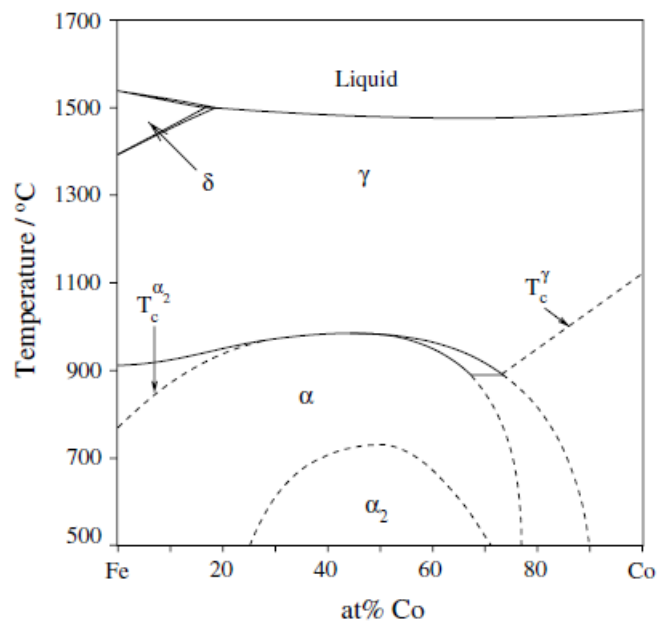


Figure I.1 : Diagramme de phases de l'alliage binaire Fe-Co (T_c : désigne la température de Curie) [Ohn02].

En plus de la réaction de mise en ordre caractéristique des alliages Fe-Co contenant entre $\sim 26\%$ à 70% de cobalt [Ohn02] [Nor75], ces alliages Fe-Co sont très attractifs car ils sont caractérisés par une haute température de Curie qui leur permet de présenter de bonnes propriétés magnétiques à hautes températures [Hai01].

I.2. Alliage Fe-49%Co-2%V

L'alliage Fe-Co équi-atomique a été découvert en 1929 [Elm29], mais le prix élevé de cet alliage et le fait qu'il soit très fragile l'a restreint aux applications pour lesquelles un petit

volume de matière et de hautes performances magnétiques étaient nécessaires. A partir de 1932 [Whi32], l'alliage Fe-49%Co-2%V a pu être industrialisé. Il présente des propriétés magnétiques similaires à l'alliage Fe-Co équi-atomique mais avec une ductilité plus élevée [Duc03, Gau96, Hai01, Geo02, Sun04, Sun05, Sou05, Mur10].

I.2.1 Réaction ordre/désordre de l'alliage Fe-Co

À la température de 710-720°C, l'alliage Fe-Co équi-atomique subit une transition d'ordre. À cette température, la structure CC (α) désordonnée qui est composée soit de mailles d'atomes de Fe, soit de mailles d'atomes de Co se réarrange en structure B2 (CsCl) ordonnée, où un atome de Fe (ou un atome de Co, respectivement) occupe le centre de la maille et les atomes de Co (ou les atomes de Fe, respectivement) occupent les sommets de la maille CC (Figure I.2).

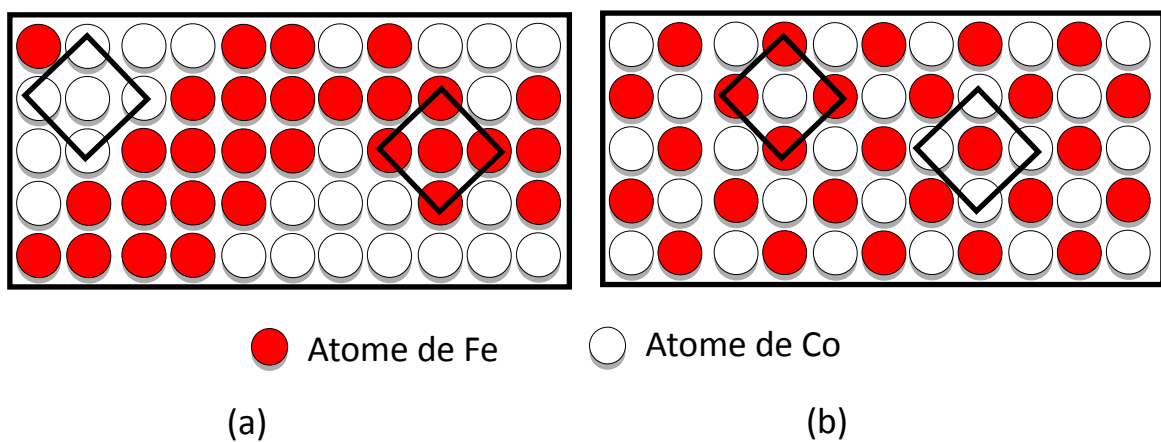


Figure I.2 : Structure du Fe-Co équi-atomique à $T \leq 983^\circ\text{C}$. (a) structure CC (α) à $T \leq 710^\circ\text{C}$ et (b) structure CsCl (B2) à $730^\circ\text{C} \leq T \leq 983^\circ\text{C}$.

La cinétique de la réaction ordre/désordre est souvent décrite par le paramètre d'ordre S , qui est défini par la relation [Duc03, Sou05] :

$$S = 2(p - (1/2)) \quad (\text{I.4})$$

Où p est la fraction des atomes de Fe occupant les sites Fe d'un état parfaitement ordonné. Quand $p=1$ ($S=1$), l'alliage est complètement ordonné et quand $p=0,5$ ($S=0$), l'alliage est complètement désordonné.

La réaction ordre/désordre dans l'alliage Fe-49%Co-2%V est très rapide, d'où la difficulté d'avoir un alliage complètement désordonné, même à des vitesses de refroidissement très élevées [Sou05] [Sun05].

Clegg et Buckley [Cle73] ont étudié la cinétique de transformation ordre/désordre d'un alliage Fe-Co en fonction de la vitesse de refroidissement. En sachant que la mise en ordre implique un changement de paramètre cristallin (a), les auteurs ont corrélié le degré d'ordre à ce changement (Δa), mesuré par diffraction des rayons X. Après un traitement thermique de 30 mn à 810°C , ils ont trempé plusieurs échantillons de Fe-Co de différentes épaisseurs dans de l'eau très froide afin d'accéder à des vitesses de refroidissement très rapides. La vitesse de

refroidissement a été déterminée en fonction de l'épaisseur de la tôle. Ils ont alors estimé que la réaction ordre/désordre ne peut être évitée que pour des vitesses de refroidissement supérieures à 3000°C/s ce qui correspond à une épaisseur de $700\mu\text{m}$ (Figure I.3).

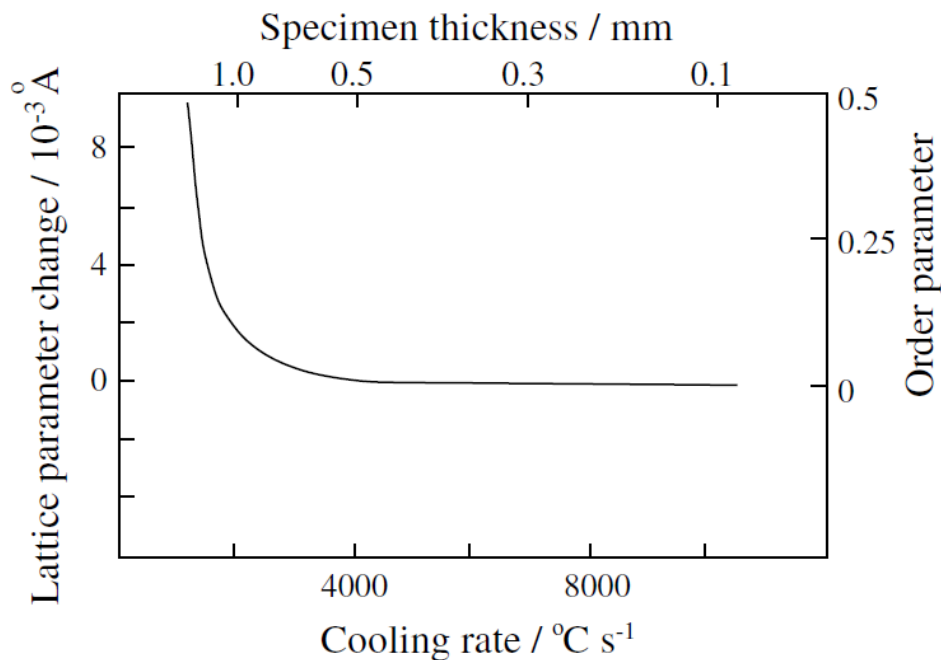


Figure I.3 : Variation du paramètre d'ordre de l'alliage Fe-49%Co-2,5%V en fonction de la vitesse de refroidissement [Cle73].

I.2.2 Effet de l'ajout du vanadium

A cause de sa fragilité, l'alliage équi-atomique Fe-50%Co introduit par Elmen [Elm29] n'a pas pu être industrialisé. En revanche, grâce à l'ajout de 2% de vanadium proposé par White et Wahl [Whi32], l'alliage Fe-49%Co-2%V a pu avoir une application industrielle. En effet, cette addition de vanadium a permis l'amélioration de la ductilité de l'alliage, ce qui le rend apte à la déformation à froid. Les études sur le Fe-49%Co-2%V ont supposé que le vanadium retarde la réaction ordre/désordre. Il est important de noter que l'ajout du vanadium est défavorable pour l'induction à saturation, d'où le choix d'une valeur optimale de 2% [Sun05].

Major et Orrock [Maj88] ont étudié l'effet des éléments d'addition sur la cinétique de transformation ordre/désordre de l'alliage Fe-Co. Ils ont mesuré le taux d'ordre à longue distance d'un alliage refroidi à partir de 850°C , avec une épaisseur de 2 mm (Figure I.4). Les auteurs ont trouvé que l'ajout de vanadium diminuait la cinétique de la transformation ordre/désordre par rapport aux autres éléments d'additions. Il est à noter qu'il existe deux types d'ordre :

- L'ordre à grande distance (LRO : Long range order) : des zones ordonnées de l'ordre de 30 à 50 nm
- L'ordre à courte distance (SRO : Short range order) : des zones ordonnées de l'ordre de quelques nanomètres.

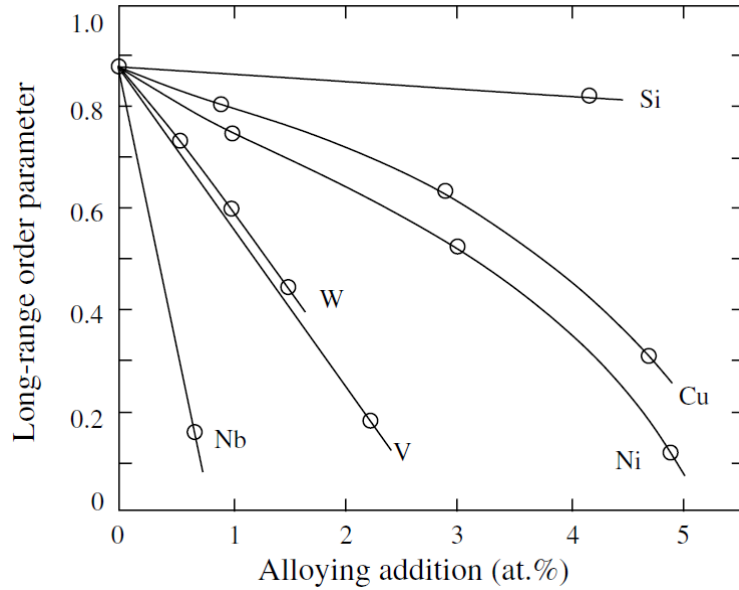


Figure I.4 : Taux d'ordre à longue distance de l'alliage Fe-49%Co-2%V en fonction des éléments d'additions [Maj88].

Récemment, et en utilisant des simulations Monte-Carlo, Muratahan et al. [Mur10] ont étudié l'effet de l'ajout du vanadium sur la mise en ordre de l'alliage. Les auteurs ont trouvé des résultats qui sont en accord avec ceux de Major et Orrock (Figure I.5). Pour des températures correspondant au domaine ferritique, le paramètre d'ordre à grande distance diminue avec l'ajout de vanadium. Cela laisse supposer que l'ajout du vanadium freine la mise en ordre de l'alliage Fe-49%Co-2%V.

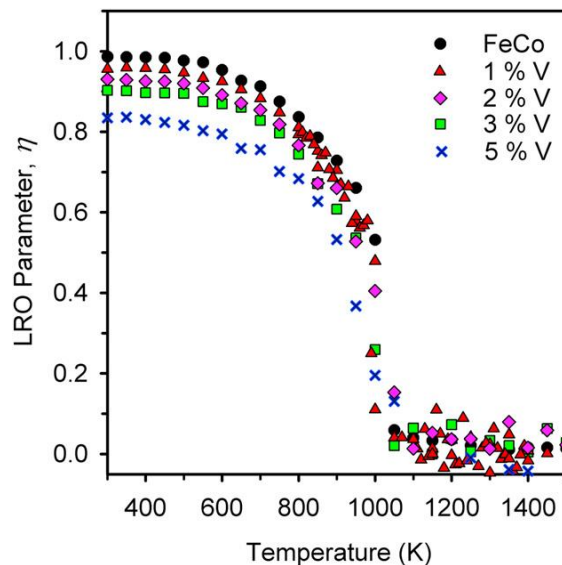


Figure I.5 : Evolution du taux d'ordre à longue distance η en fonction de la température et du pourcentage de V pour l'alliage Fe-Co [Mur10].

Notons que l'ajout de niobium améliore la ductilité (Figure I.4) et la limite d'élasticité de l'alliage Fe-49%Co-2%V [Hai01]. Cependant, son ajout dégrade les propriétés magnétiques d'où le choix d'une valeur optimale de $\sim 0,04\%$ de Nb.

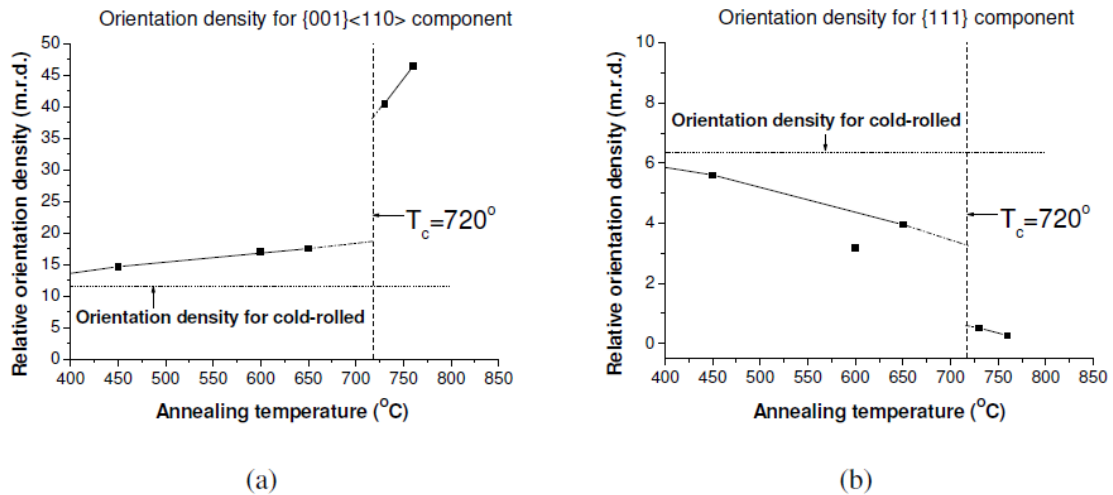


Figure I.7 : Evolution de la densité d'orientations dans un alliage Fe-49%Co-2%V après un recuit à différentes températures pour un temps de maintien de 1h. (a) Cube tournée, et (b) fibre γ [Den05].

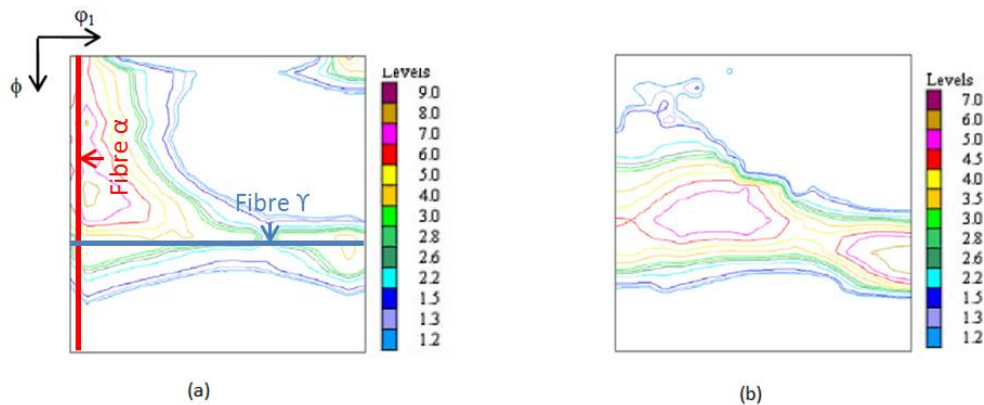


Figure I.8 : Coupe à $\phi_2 = 45^\circ$ de la fonction de distribution des orientations cristallines d'un acier IF (a) laminé à froid de 83% et (b) recuit à 700°C pendant 4h30mn [Sam05].

I.2.4 Propriétés magnétiques de l'alliage Fe-49%Co-2%V

I.2.4.1 L'aimantation à saturation

Comme déjà mentionné auparavant (Tableau I.1), les alliages Fe-Co ont la magnétisation à saturation la plus élevée parmi tous les alliages magnétiques.

Clegg et Buckley [Cle73] ont montré que l'aimantation à saturation est liée à l'état d'ordre de l'alliage, comme le décrit la figure I.9. Ce paramètre augmente quand la taux d'ordre augmente.

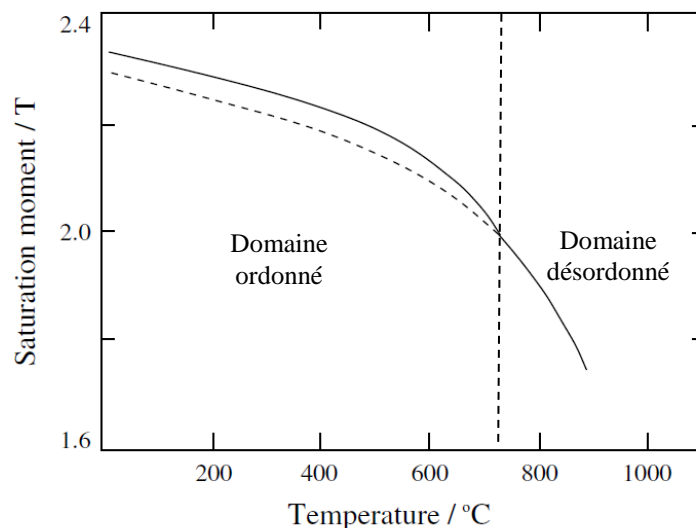


Figure I.9 : Variation de l'aimantation à saturation de l'alliage Fe-49%Co-2%V en fonction de la température [Cle73].

L'aimantation à saturation dépend aussi du troisième élément d'addition. En effet, l'ajout de vanadium est défavorable à l'aimantation (Figure I.10) [Tan91]. Le vanadium se combine de façon antiferromagnétique avec le Fe et le Co, ce qui implique une diminution de l'aimantation à saturation [Tan91]. Rappelons que l'effet défavorable du vanadium sur l'aimantation à saturation de l'alliage Fe-49%Co-2%V est compensé par la ductilité [Sun05].

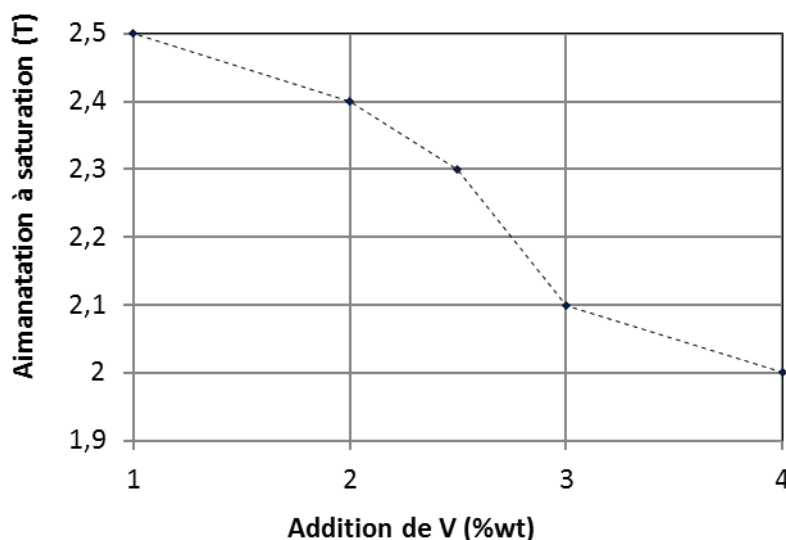


Figure I.10 : Effet de l'ajout de vanadium sur l'aimantation à saturation de l'alliage Fe-49%Co-x%V [Tan91].

I.2.4.2 Champs coercitif

Le champ coercitif est un paramètre important pour caractériser les pertes magnétiques [Sou05]. Ce champ coercitif est généralement affecté par la taille de grains de la microstructure complètement recristallisée [Yu99, Yu00, Ren01, Sou04] et est linéairement dépendant de l'inverse de la taille de grains [Sou04] :

$$H_c = 36,7 + 777,5 \times d^{-1} \quad (I.5)$$

Où, H_c est le champ coercitif et d est la taille de grains.

I.2.4.3 Perméabilité

Les alliages Fe-Co offrent une bonne perméabilité, et plus particulièrement l'alliage à 50% de Co, qui présente les valeurs de perméabilité initiale et maximale les plus élevées parmi les alliages Fe-Co [Che77] (Figure I.11), d'où le choix de 49% de Co pour cette application aéronautique.

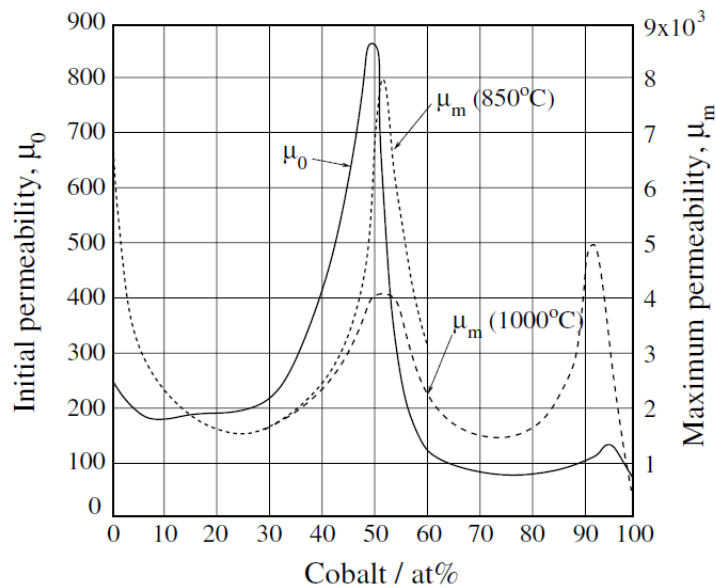


Figure I.11 : Perméabilités initiale et maximale des alliages Fe-Co [Che77].

I.2.4.4 Effet de la microstructure sur les propriétés magnétiques

Dans la littérature sur l'alliage Fe-49%Co-2%V, il a été montré que le champ coercitif est dépendant soit de la fraction recristallisée, soit de la taille de grains pour des microstructures complètement recristallisées.

Thornburg [Tho69] et Hailer [Hai01] ont supposé que la fraction recristallisée est le paramètre principal qui influe sur le champ coercitif pour les alliages Fe-49%Co-2%V et Fe-49%Co-2V-0.3%Nb (Figure I.12). Ils ont montré d'une part, que le champ coercitif diminue quand la température augmente (la fraction recristallisée augmente) et d'autre part, qu'il devient stable à partir de 710°C et de 730°C respectivement, pour le Fe-49%Co-2%V et le Fe-49%Co-2%V-0.3%Nb.

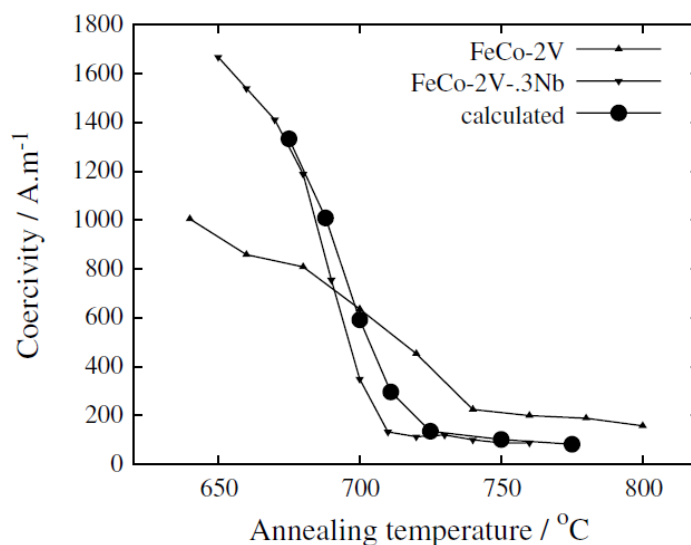


Figure I.12 : Evolution du champ coercitif en fonction des traitements thermiques dans le cas des études de Thornburg [Tho69] (Fe-49%Co-2%V), Hailer [Hai01] (Fe-49 %Co-2%V-0,3%Nb) et Sourmail (Fe-49%Co-2%V) [Sou04].

Cette explication, en termes de fraction recristallisée, est cependant contradictoire avec d'autres résultats de la littérature. Ainsi, Davies et Stoloff [Dav66] ont observé une recristallisation complète de l'alliage Fe-49%Co-2%V laminé de 90% et recuit 1h à 675°C. Duckham et al. [Duc03] ont également noté une recristallisation complète du Fe-49%Co-2%V-0,3% Nb laminé de 90% et recuit 1h à 650°C. Pour ces deux études, les températures de recuit sont pourtant inférieures aux températures critiques décrites précédemment. Plus tard, Sourmail [Sou04] a trouvé des évolutions similaires (Figure I.12). L'auteur a utilisé d'une part, des valeurs de taille grains rapportées par Davies et Stoloff [Dav66] pour des microstructures complètement recristallisées d'un alliage Fe-49%Co-2%V et d'autre part, un ajustement de l'évolution du champ coercitif en fonction de la taille de grains de résultats de la littérature sur du Fe-49%Co-2%V à microstructure complètement recristallisée (Equation I.5). En contredisant les études précédentes ([Tho69] [Hai01]), Sourmail a supposé que le champ coercitif H_c ne dépend pas de la fraction recristallisée, mais seulement de la taille de grains.

I.2.5 Propriétés mécaniques de l'alliage Fe-49%Co-2%V

I.2.5.1 Limite d'élasticité

Plusieurs paramètres microstructuraux peuvent modifier la limite d'élasticité de l'alliage Fe-49%Co-2%V, comme notamment la fraction recristallisée, la taille de grains et le taux d'ordre.

I.2.5.1.a Effet de la fraction recristallisée sur la limite d'élasticité

L'effet de la fraction recristallisée a été montré par Thornburg [Tho69] et Hailer [Hai01] respectivement sur le Fe-49%Co-2%V et le Fe-49%Co-2%V-0,3%Nb. Thornburg [Tho69] a étudié l'alliage Fe-49%Co-2%V laminé à froid de 90% puis recuit pendant 2h à différentes températures entre 640°C et 760°C, suivi d'un refroidissement à l'air. Il a trouvé

que lorsque la température augmente, la limite d'élasticité diminue rapidement jusqu'à la température de 710°C. A partir de cette température, la limite d'élasticité ne varie que très légèrement (Figure I.13).

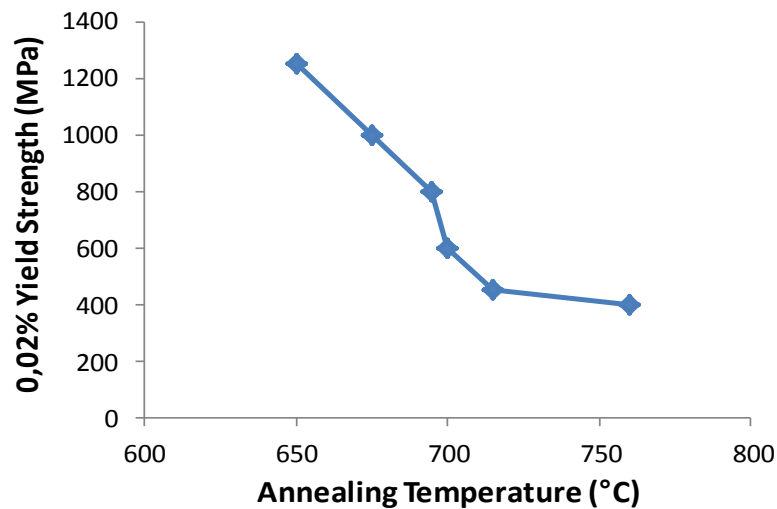


Figure I.13 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction des traitements thermiques d'un alliage ternaire Fe-Co-2V [Tho69].

Hailer [Hai01] a repris les mêmes expériences que Thornburg [Tho69], mais sur un alliage Fe-49%Co-2%V-0,3%Nb. L'addition de Nb augmente la limite d'élasticité de l'alliage (~ 80MPa). Il a trouvé des résultats similaires, c'est-à-dire que lorsque la température augmente, la limite d'élasticité diminue rapidement jusqu'à une température, cette fois-ci de 730°C (effet retardataire du Nb sur la mise en ordre). Au-dessus de cette température, la limite d'élasticité varie peu (Figure I.14).

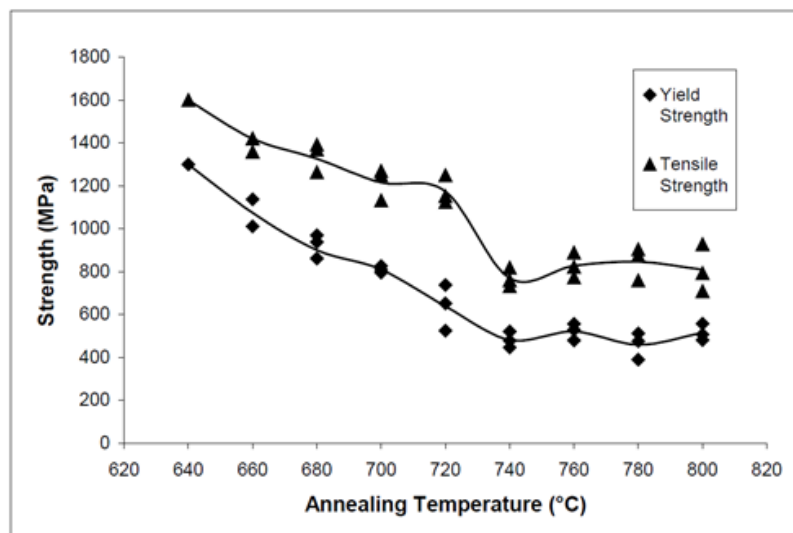


Figure I.14 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des traitements thermiques d'un alliage Fe-49%Co-2%V-0,3%Nb [Hai01].

Les deux auteurs ont supposé que la fraction recristallisée a un effet sur la limite d'élasticité des deux alliages. Ainsi, en dessous d'une température critique ($T_{critique}$ [Tho69] =

710°C, T_{critique} [Hai01] = 730°C), cette propriété mécanique diminue avec l'augmentation du taux de recristallisation et se stabilise une fois l'alliage complètement recristallisé.

I.2.5.1.b Effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité

Sourmail [Sou04] a déterminé des valeurs de limite d'élasticité pour le Fe-49%Co-2%V, en utilisant la loi de Hall-Petch [Pet53]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (\text{I.6})$$

Où σ_y est la limite d'élasticité, σ_0 est la contrainte de friction, k est une constante caractéristique du matériau et d la taille de grains.

L'auteur a repris les valeurs de k et de σ_0 mesurées par Jordan et Stoloff [Jor69] (Tableau I.2). Ces deux valeurs ont été identifiées pour deux domaines différents, un domaine ordonné qui correspond aux échantillons refroidis à partir d'une température inférieure à celle de la mise en ordre et un domaine désordonné pour des échantillons refroidis à partir d'une plus haute température.

Tableau I.2 : Valeurs de k et de σ_0 pour les alliages Fe-Co-2V [Jor69].

| Composition chimique | σ_0 (MPa) | k (MPa. $\mu\text{m}^{1/2}$) | Technique |
|----------------------|------------------|---------------------------------|----------------------|
| Fe-Co-2V ordonné | 143 | 714 | Essai de compression |
| Fe-Co-2V désordonné | 435 | 242 | Essai de traction |

De plus, Sourmail a également utilisé les valeurs de tailles de grains mesurées par Davies et Stoloff [Dav66] (Tableau I.3). Ces deux derniers auteurs ont étudié l'évolution de la recristallisation de l'alliage Fe-49%Co-2%V au cours de traitements thermiques. Comme décrit précédemment, ils ont obtenu une recristallisation complète après un maintien d'1h à 675°C.

Tableau I.3 : Taille de grains mesurée par Davies et Stoloff en fonction de la température de recuit pendant 1h [Dav66].

| Température de recuit (°C) | Taille de grains (μm) |
|----------------------------|------------------------------------|
| 675 | 0,6 |
| 688 | 0,8 |
| 700 | 1,4 |
| 711 | 3,0 |
| 725 | 7,9 |
| 750 | 12,0 |
| 775 | 17,1 |

Les résultats des calculs ont été comparés aux résultats de Thornburg [Tho69] et de Hailer [Hai01] (Figure I.15). Sourmail [Sou04] a trouvé des évolutions de limite d'élasticité en fonction de la température de recuit, similaires à celles observées expérimentalement par Thornburg [Tho69] et Hailer [Hai01].

Sourmail [Sou04] a supposé alors que le taux de recristallisation de l'alliage n'influe pas sur les propriétés mécaniques. Au contraire, il a supposé que c'est la taille de grains qui est responsable des variations de propriétés.

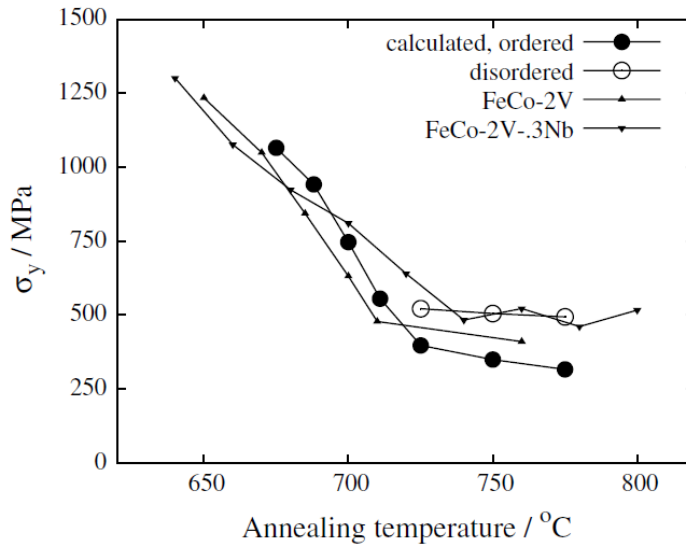


Figure I.15 : Mesure de la limite d'élasticité des deux alliages Fe-49%Co-2% V et Fe-49%Co-2%V-0,3Nb et calcul de la limite d'élasticité à partir de la relation (I.6), en utilisant les valeurs de σ_0 et k données dans le tableau I.2 [Sou04] et les tailles de grains données dans le tableau I.3 [Dav66].

Ren et al. [Ren01] ont également étudié l'effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité d'échantillons de Fe-49%Co-2% V complètement recristallisés. Les échantillons ont été recuits à la température de 820°C, pour différents temps de maintien, puis refroidis à la température ambiante, avec une vitesse de refroidissement de 90°C/h. Leurs résultats sont montrés sur la figure I.16. A partir de ces résultats, ils ont déduit une relation empirique qui suit une loi de Hall-Petch.

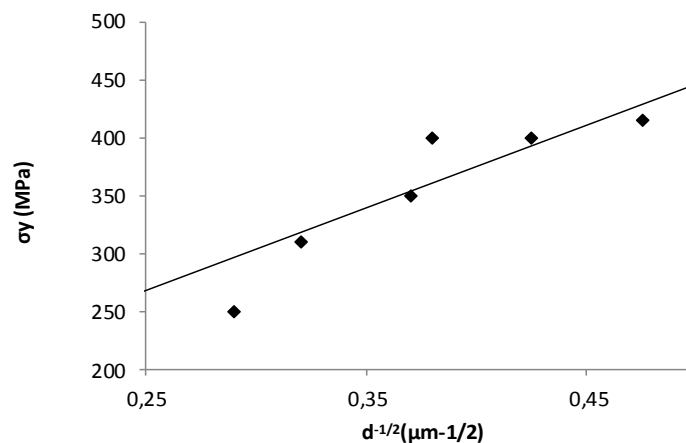


Figure I.16 : Effet de la taille de grains (d) sur la limite d'élasticité d'un alliage Fe-49%Co-2% V [Ren01]

Cette loi de Hall-Petch est principalement utilisée pour décrire la dépendance de la limite d'élasticité à la taille de grains d'une microstructure recristallisée [Esh57, Hal51, Pet53, Han77, Alh83, Han04].

L'alliage qui fait l'objet de cette étude (AFK502) présente des microstructures déformées, partiellement ou complètement recristallisées. Ainsi, il est nécessaire de rappeler les études faites sur la validation de la loi de Hall-Petch sur des microstructures déformées.

Pour des microstructures déformées, la loi de Hall-Petch a fait l'objet de plusieurs études. Deux paramètres ont été définis pour expliquer le mécanisme de durcissement : l'angle de désorientation moyen entre sous-grains et la taille moyenne des sous grains restaurés [Hug00, Win00, Li03].

Li et al. [Li03] ont étudié la validité de la relation de Hall-Petch sur des microstructures d'un acier IF ayant subi plusieurs taux de réduction par laminage (10, 30, 50, 70, 80 et 90%). La microstructure a été caractérisée par microscopie électronique en transmission. Les auteurs ont montré deux relations distinctes, une relation de Hall-Petch quand $\theta_{av} \geq 15^\circ$ (avec θ_{av} la désorientation moyenne des parois) (Equation I.7) et une relation de Hall-Petch modifiée quand $\theta_{av} \leq 15^\circ$ (Equation I.8).

$$\sigma_y = \sigma_0 + k' (d_{sub})^{-1/2} \quad \text{pour } \theta_{av} \geq 15^\circ \quad (I.7)$$

$$\sigma_y = \sigma_0 + k' (\theta_{av})^{1/2} (d_{sub})^{-1/2} \quad \text{pour } \theta_{av} \leq 15^\circ \quad (I.8)$$

avec d_{sub} la taille des sous-grains.

Comme pour le champ coercitif, la limite d'élasticité est influencée par la taille des cellules de déformation ou la taille des sous-grains restaurés pour des alliages partiellement recristallisés. Cela nous amène à dire que les études de Sourmail n'étaient peut-être pas contradictoires avec celle de Thornburg [Tho69] et de Hailer [Hai01], mais plutôt complémentaires.

Par ailleurs, en raison de la réaction ordre/désordre caractéristique de cet alliage, beaucoup d'études se sont concentrées sur l'effet du taux d'ordre sur la limite d'élasticité du Fe-49%Co-2%V.

1.2.5.1.c Effet du taux d'ordre sur la limite d'élasticité

En utilisant la diffraction des rayons X, Stoloff et Davies [Sto64] ont étudié l'influence du taux d'ordre à longue distance sur la limite d'élasticité de l'alliage Fe-49%Co-2%V. Les auteurs ont trempé des éprouvettes de traction à partir de températures comprises entre 500°C et 875°C. Les résultats sont montrés sur la Figure I.17. Ils ont trouvé que la limite d'élasticité présente un pic quand l'alliage est refroidi à partir d'une température proche de la température de mise en ordre.

Marcinkowski et Chessin [Mar64] et Moine et al. [Moi71] ont confirmé cette évolution.

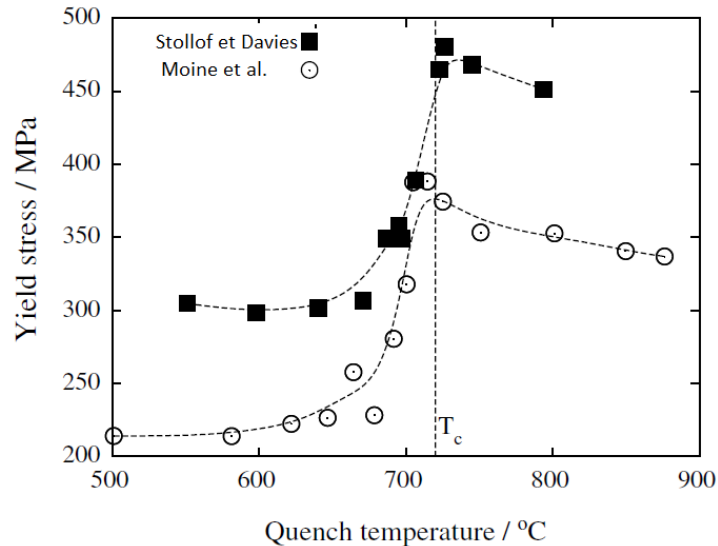


Figure I.17 : Variation de la limite d'élasticité de l'alliage Fe-49%Co-2%V, trempé à partir de différentes températures, selon Stoloff et Davies [Sto64] et Moine et al. [Moi71]. Graphes refaits par Sourmail [Sou05]. T_c est la température de mise en ordre.

Stoloff et Davies [Sto64] ont expliqué cette évolution de la limite d'élasticité, en fonction de la température à partir de laquelle on refroidit le matériau, par l'effet d'ordre. En effet, ils ont supposé que l'ordre affecte le mécanisme de déformation. Dans les échantillons trempés à partir des températures du domaine désordonné, la déformation est contrôlée par le mouvement de dislocations simples dans la matrice ordonnée à courte distance. Au contraire, le mécanisme de déformation, dans les échantillons refroidis à partir de températures dans le domaine ordonné, est contrôlé par le mouvement de dislocations doubles dans les zones d'ordre à longue distance. Plus tard, et en utilisant la microscopie électronique en transmission, Moine et al. [Moi71] ont contredit les résultats de Stoloff et Davies [Sto64] en montrant des dislocations doubles dans les échantillons refroidis à partir de températures dans les deux domaines ordonné et désordonné. L'effet d'ordre sur la limite d'élasticité n'est donc toujours pas très clair [Sun05] [Sou05].

En 2001, Ren et al. [Ren01] ont étudié l'influence du taux d'ordre sur la limite d'élasticité de tôles de Fe-49%Co-2%V de 0,35 mm d'épaisseur. Le taux d'ordre a alors été corrélé aux vitesses de refroidissement, c'est-à-dire que l'augmentation de la vitesse de refroidissement freine la mise en ordre et donc diminue la fraction de la phase ordonnée. Pour des échantillons recuits pendant 2h à 820°C et ensuite refroidis à différentes vitesses de refroidissement (Tableau I.4), Ren et al. [Ren01] ont montré que l'augmentation de la vitesse de refroidissement et donc la diminution du taux d'ordre implique une augmentation de la limite d'élasticité.

Tableau I.4 : Les limites d'élasticité de l'alliage Fe-49%Co-2%V refroidi à partir de 820°C pour différentes vitesses de refroidissement [Ren01]

| Vitesses de refroidissement | 30°C/h | 60°C/h | 90°C/h | Refroidissement à l'air | Trempé |
|-----------------------------|--------|--------|--------|-------------------------|--------|
| Limite d'élasticité (MPa) | 359 | 389 | 385 | 503 | 526 |

Résumé :

Effet de la fraction recristallisée : Thornburg et Hailer ont montré que la limite d'élasticité dépend seulement de la fraction recristallisée. Toutefois, ces études négligent l'effet de la taille des grains, des sous-grains et des cellules de déformation, pour les échantillons partiellement recristallisés.

Effet de la taille de grains : Sourmail a montré que la limite d'élasticité ne dépend que de la taille de grains et non pas de la fraction recristallisée.

Effet du taux d'ordre : L'augmentation de l'ordre à grande distance implique une diminution de la limite d'élasticité. L'ordre à courte distance n'a pas été quantifié.

Finalement, un rappel sur l'état des connaissances sur les propriétés magnétiques et mécaniques de l'alliage Fe-49%Co-2%V a été montré. Malgré le grand nombre d'études faites sur le développement des propriétés magnétiques et mécaniques de cet alliage, l'amélioration du compromis entre ces différentes propriétés est loin d'être achevée. Les premières études ont montré que la fraction recristallisée ou la taille de grains sont les facteurs principaux à optimiser. Toutefois, le fait que les propriétés magnétiques et mécaniques évoluent dans le sens opposé en fonction de paramètres microstructuraux rend cette optimisation difficile. De plus, ces études ont négligé l'effet du taux d'ordre sur la limite d'élasticité. En parallèle, d'autres études se sont concentrées sur l'effet de la mise en ordre sur les propriétés mécaniques, et beaucoup de résultats ont montré une évolution de la limite d'élasticité en fonction de l'ordre. Par contre, dans ces études, une combinaison de l'effet de la microstructure et de l'ordre sur les pertes magnétiques et la limite d'élasticité n'a pas été établie.

I.3. Alliage Fe-27%Co

I.3.1 Introduction

L'alliage Fe-27%Co est un alliage magnétique doux pouvant remplacer le Fe-3%Si, utilisé actuellement dans les transformateurs électriques de l'aéronef. Pour cette application, de hautes performances magnétiques [Dor07] ainsi que de bonnes valeurs de déformation par magnétostriction sont requises. L'alliage Fe-3%Si présente des performances magnétiques moyennes, ainsi, sa déformation par magnétostriction est moyenne avec une valeur maximale d'environ $15 \cdot 10^{-6}$, ce qui permet d'atteindre des niveaux sonores acceptables. L'alliage Fe-27%Co présente de meilleures performances magnétiques que celles du Fe-3%Si. Cela permet de réduire la masse du transformateur et notamment son bruit acoustique d'environ 10 dB. Le développement d'une texture dite de Goss $\{110\}\langle 100 \rangle$, typique des alliages Fe-Si est responsable de l'amélioration des performances magnétiques. Ainsi, la présence de cette composante permet de diminuer les pertes magnétiques, quand les lignes d'induction sont parallèles à la direction de laminage qui représente la direction de facile aimantation $\langle 100 \rangle$ [Ber13, Guo11, Ghe09, Cru08-05-04, Dor06, Mat89, Mis84].

Peu d'études ont été réalisées sur le développement de la texture de Goss dans l'alliage Fe-27%Co. Au contraire, le développement de cette texture dans les alliages Fe-Si a fait l'objet de nombreux travaux. C'est pourquoi, la revue bibliographique suivante traite principalement de ce dernier alliage.

I.3.2 Développement et origine de la texture de Goss

En 1935, Goss [Gos35] a inventé un processus industriel qui permet de développer des tôles de Fe-3%Si fortement texturées $\{110\}\langle 100\rangle$. Le développement de la texture de Goss est obtenu via une gamme de traitement thermomécanique complexe incluant un laminage à chaud, un double laminage à froid, suivi de traitements thermiques de recristallisation primaire et de croissance anormale [Ghe09, Cru08-05-04, Fie85, Mis84].

Contrairement au Fe-3%Si qui développe donc la texture de Goss essentiellement par croissance anormale (le pourcentage de Goss après recristallisation primaire étant très faible), dans l'alliage Fe-27%Co, elle se développe par recristallisation primaire et croissance normale de grains. Il n'en reste pas moins intéressant de comprendre l'origine de la composante de Goss qui se développe après recristallisation primaire dans les tôles de Fe-Si.

En 1960, Walter et Dunn [Wal60] ont étudié le développement de la texture de Goss dans un monocristal de Fe-Si orienté $\{110\}\langle 001\rangle$. Les auteurs ont montré que l'origine de la composante Goss en recristallisation primaire est liée à la présence de celle-ci après laminage à chaud. Ils ont montré que la texture de Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ du laminé à chaud tourne vers la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ pendant le laminage à froid et ensuite réapparaît pendant la recristallisation primaire. Les auteurs ont émis l'hypothèse de l'héritage de la Goss du laminé à chaud. Cette hypothèse a également été reprise plus tard, dans d'autres études sur des alliages polycristallins de Fe-Si (Sakakura et Taguchi [Sak71], Inokuti et al. 1980 [Ino80] et Matsuo et al. 1981 [Mat81]) et ensuite confirmée par Han et Shin [Han91] en 1991. Ces derniers auteurs ont laminé une tôle polycristalline texturée en Goss. Ils ont obtenu une texture accusée $\{111\}\langle 112\rangle$. Après un recuit à 600°C, sous atmosphère réductrice, ils ont retrouvé la texture de départ, soit $\{110\}\langle 001\rangle$ avec la même induction à saturation que la tôle de départ. Donc, les auteurs ont conclu que c'est la Goss initiale qui réapparaît après le recuit de recristallisation qui suit le laminage à froid.

Plus tard, beaucoup d'études se sont concentrées sur la caractérisation des grains de Goss dans le laminé à chaud et notamment leur position par rapport à l'épaisseur de la tôle.

En 1984, Mishra et al. [Mis84] ont montré que l'origine de la composante $\{110\}\langle 001\rangle$ dans un polycristal de Fe-Si était liée à sa présence en surface et à mi épaisseur du laminé à chaud. La formation de la texture de Goss en surface du laminé à chaud a été reliée à l'effet du cisaillement des rouleaux du laminoir. Ensuite, pendant le processus thermomécanique et en se référant aux hypothèses de Walter et Dunn [Wal60], cette texture se comporte comme dans le cas d'un monocristal de Fe-Si, i.e., elle tourne en $\{111\}\langle 112\rangle$ après déformation à froid et ensuite, après une recristallisation primaire, la Goss se développe.

Plus tard, Shimizu et al. [Shi86] ont montré que l'origine de la Goss était due à sa présence uniquement en surface de la tôle laminée à chaud. Cela a été confirmé par d'autres études comme celle de Bottcher et Lücke [Bot93].

Au contraire, récemment, Gheorghies et Doniga [Ghe09] ont montré que l'origine du développement de la Goss dans un Fe-Si était liée à sa présence au quart de l'épaisseur de la tôle laminée à chaud (Figure I.18).

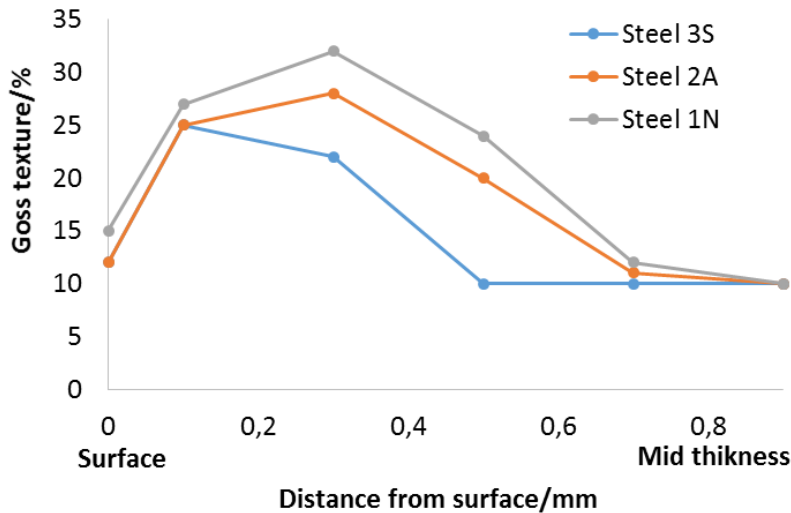


Figure I.18 : Variation de la fraction de la composante $\{110\}\langle 001\rangle$ dans l'épaisseur du laminé à chaud de trois alliages Fe-Si étudiés par Gheorghies et Doniga [Ghe09].

En résumé, les études précédentes ont montré que la Goss de la recristallisation primaire résulte de l'héritité de la Goss formée au laminé à chaud. De plus, la position de la Goss dans le laminé à chaud a été étudiée et différents résultats sont proposés, la Goss se situe soit en surface, soit à mi-épaisseur ou encore au quart de l'épaisseur du laminé à chaud.

D'autres études ont montré que l'origine du développement de la Goss dans les alliages Fe-Si peut provenir de deux types de Goss.

En 2006, en utilisant l'EBS, Dorner et al. [Dor07] ont étudié un monocristal $\{110\}\langle 001\rangle$ de Fe-Si déformé de 89%. Ils ont montré que la composante de Goss, après recristallisation primaire, peut provenir de :

- L'héritité de la Goss du laminé à chaud.
- La forte déformation à froid (réduction d'épaisseur $\geq 70\%$) qui développe une composante de Goss dans les bandes de cisaillement.

Plus tard, en 2008, dans un polycristal de Fe-3%Si, Cruz-Gandarilla et al. [Cru08] ont trouvé des résultats similaires. Ils ont montré que les grains de Goss qui se développent après recristallisation primaire proviennent, soit de grains de Goss qui se trouvent à un quart de l'épaisseur de la tôle laminée à chaud, soit d'une nouvelle composante de Goss qui se développe dans les bandes de cisaillement des grains lamellaires $(111)[1-21]$ et $(111)[-1-12]$ du deuxième laminé à froid. Les auteurs ont effectué un traitement thermique à 700°C pendant 1mn et ils ont remarqué la formation de sous-grains de Goss dans les bandes de cisaillement du deuxième laminé à froid (Figure I.19).

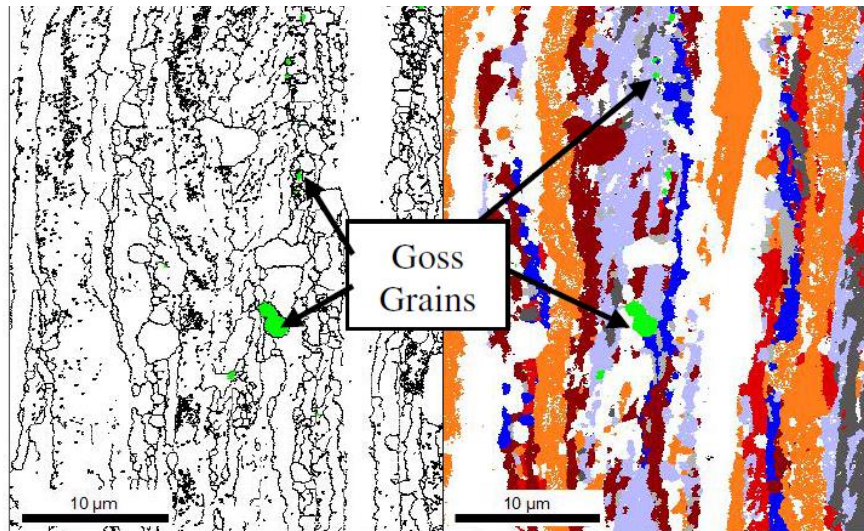


Figure I.19 : Traitement thermique à 700°C pendant 1mn permettant de voir les premiers stades de la recristallisation primaire dans un alliage Fe-3%Si.

Donc, en plus de l'hérédité de la Goss du laminé à chaud, cette texture de recristallisation peut provenir d'une texture de Goss qui se développe après le second laminage à froid.

Résumé

Les alliages Fe-Si destinés aux transformateurs électriques sont caractérisés par une forte intensité de la composante de texture de Goss.

L'origine de cette texture de Goss est soit :

- *Le laminage à chaud : cette composante de texture se situe en surface et au quart de l'épaisseur ou au centre de la tôle.*
- *Le deuxième laminage à froid : la composante de Goss formée après le recuit de recristallisation provient des orientations de Goss qui se forment dans les bandes de cisaillement des grains $\{111\}\langle 112\rangle$ lors du laminage.*

I.3.3 Développement de la texture de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$

La texture de laminage à froid du Fe-3%Si a fait l'objet de plusieurs études [Dun53, Mis84, Dor07, Cru08].

Comme déjà mentionné avant, la texture de déformation les alliages Fe-Si est caractérisée principalement par l'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ [Wal60, Sak69, Mis84, Sei89].

En utilisant la diffraction des rayons X, Dunn [Dun53] a étudié l'état déformé d'un monocristal de Fe-Si possédant l'orientation de Goss. L'auteur a montré que la texture de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$ résulte de la rotation de la Goss initiale autour de l'axe $\langle 110\rangle // DT$.

D'autre part, l'utilisation de l'EBSID a permis à Dorner et al. [Dor07] et à Cruz-Gandarilla et al. [Cru08] d'observer non seulement la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, mais aussi des grains de Goss dans les tôles laminées à froid :

La figure I.20 montre la présence de grains de Goss après le premier laminage à froid [Dor07]. La fraction de grains de Goss observée par EBSD a été estimée à $\sim 1\%$, avec une

dispersion de 15° . Dorner et al. [Dor07] ont conclu que les études précédentes, réalisées par diffraction des rayons X, n'ont pas permis d'observer la texture de Goss à cause de sa faible fraction.

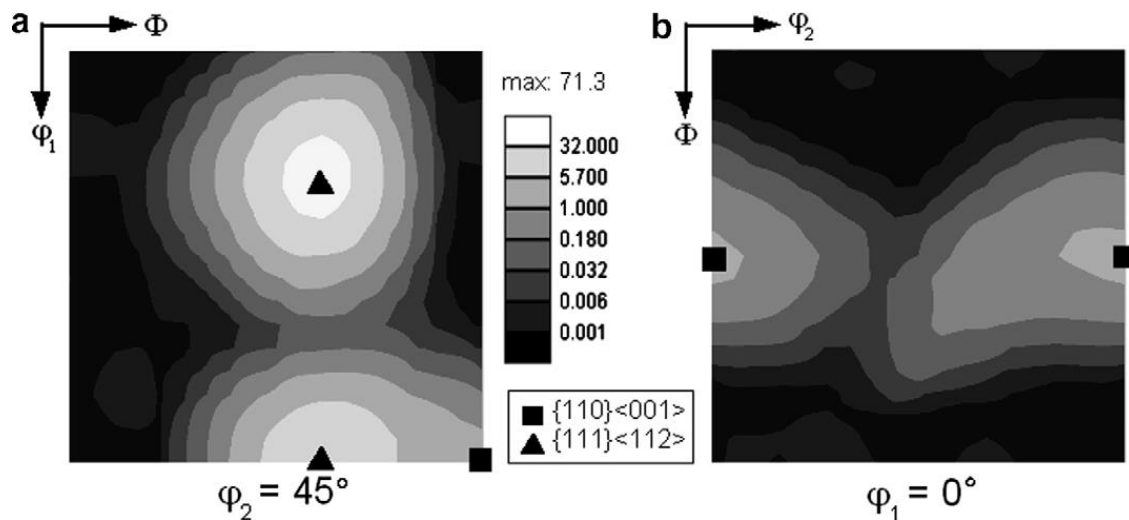


Figure I.20 : Texture d'un monocristal de Fe-Si déformé de 89%, initialement orienté Goss [Dor07].

Résumé :

La texture de déformation des matériaux Fe-Si est caractérisée par :

- Des grains déformés d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$
- De la texture de Goss sous forme de petits grains déformés se trouvant entre les microbandes (ou bandes) de cisaillement des grains déformés au premier laminage à froid et sous forme de bandes de cisaillement pendant le deuxième laminage froid.

Afin de comprendre la formation des composantes de déformation dans l'alliage Fe-27%Co, une identification des systèmes de glissement activés pendant la déformation plastique a été menée. Pour cela, il est nécessaire de rappeler les principales théories et études sur les systèmes de glissement dans les matériaux CC.

I.3.4 Systèmes de glissement

Sous l'effet d'une sollicitation mécanique extérieure, supérieure à la limite d'élasticité, un alliage métallique se déforme plastiquement. Les origines de cette déformation plastique sont la création, le mouvement et l'interaction de dislocations dans les structures cristallines. Plusieurs ouvrages décrivent de façon très détaillée les mécanismes de plasticité cristalline dans les matériaux métalliques [Fri64, Add79, Hul89, Fra92, Mar00]. Nous n'en donnerons ici que les éléments essentiels.

Les observations de surface d'un échantillon métallique polycristallin déformé plastiquement font apparaître des lignes de glissement, souvent regroupées en bandes appelées bandes de glissement (Figure I.21). Elles résultent du mouvement des dislocations dans les grains.

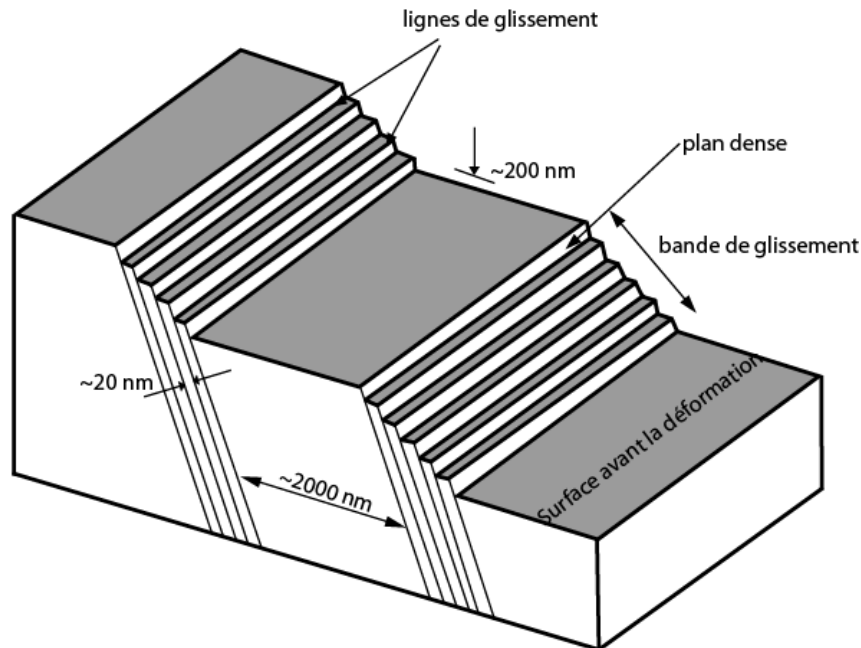


Figure I.21 : Schéma de la surface d'un cristal présentant plusieurs lignes de glissement associées en bandes [Bar07]

Une ligne de glissement est le bord d'une marche créée à la surface par l'émergence de dislocations. Elle correspond à un déplacement relatif de deux parties du cristal suivant un plan et dans une direction donnée. La déformation plastique s'effectue suivant des plans cristallographiques et dans des directions cristallographiques privilégiés, appelés plans et directions de glissement. Il s'agit des plans et des directions denses de la structure cristalline. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement constitue un système de glissement. Ceux-ci ont été déterminés pour un grand nombre de structures cristallines (CC, CFC, HC...). Le mécanisme de glissement apparaît lorsque la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement selon la direction de glissement est supérieure à une valeur critique, appelée cission critique. L'aspect des lignes de glissement et les structures de dislocations associées dépendent de nombreux facteurs comme le mode de chargement (uniaxial ou multiaxial...), la structure cristallographique, l'orientation cristallographique par rapport aux chargements mécaniques, la température, la vitesse, le taux de déformation.

Contrairement aux matériaux CFC, l'identification des systèmes de glissement activés dans les matériaux CC est toujours difficile [Bar07]. Cela est dû au fait que les traces de glissements sont ondulées, du fait que plusieurs systèmes de glissements peuvent être activés en même temps, pendant la déformation plastique, ce qui rend difficile l'identification de la famille de plans de glissement de chaque trace de glissement. Cependant, on trouve beaucoup d'études sur l'identification des systèmes de glissement dans les matériaux CC.

Dans les matériaux CC, les dislocations glissent suivant trois familles de plans de glissement $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Pour l'ensemble de ces plans, les directions de glissement appartiennent à la famille des directions $\langle 111 \rangle$. Finalement, pour chaque grain, les systèmes de glissement possibles sont les systèmes de types $\{110\}\langle 111 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$ et $\{123\}\langle 111 \rangle$, soit au total 48 systèmes de glissement (Tableau 1.5) [Bar07].

Tableau I.5 : Familles de systèmes de glissement possible dans un matériau CC.

| | | | | | |
|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Plans {110} | | | | | |
| (110)[1-11] | (110)[-111] | (1-10)[111] | (110)[11-1] | (101)[11-1] | (101)[-111] |
| (10-1)[111] | (10-1)[1-11] | (011)[11-1] | (011)[1-11] | (01-1)[111] | (01-1)[-111] |
| Plans {112} | | | | | |
| (112)[11-1] | (11-2)[111] | (1-12)[-111] | (-112)[1-11] | (121)[1-11] | (12-1)[-111] |
| (1-21)[111] | (-121)[11-1] | (211)[-111] | (21-1)[1-11] | (2-11)[11-1] | (-211)[111] |
| Plans {123} | | | | | |
| (123)[11-1] | (12-3)[111] | (1-23)[-111] | (-123)[1-11] | (132)[1-11] | (13-2)[-111] |
| (1-32)[111] | (-132)[11-1] | (312)[-111] | (31-2)[1-11] | (3-12)[11-1] | (-312)[111] |
| (213)[11-1] | (21-3)[111] | (2-13)[-111] | (-213)[1-11] | (321)[-111] | (32-1)[1-11] |
| (3-21)[11-1] | (-321)[111] | (231)[1-11] | (23-1)[-111] | (2-31)[111] | (-231)[11-1] |

Récemment, en utilisant des simulations en dynamique moléculaire, Naveen Kumara et al. [Nav13] ont étudié les systèmes de glissement activés dans le fer α (CC) et ils ont montré que toutes les familles de plans des systèmes de glissements étaient activées. Au contraire, en faisant des simulations basées sur le modèle de Taylor, Raabe [Rab95] a démontré que seul le système $\{123\}\langle 111 \rangle$ était activé dans le fer α . Au contraire, Spitzig et Keh [Spi70] ont montré qu'en plus du système de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$, le système $\{112\}\langle 111 \rangle$ était aussi un système de glissement activé dans le fer pur.

Par ailleurs, beaucoup d'études ont montré que le système $\{110\}\langle 111 \rangle$ est le système de glissement majoritairement activé dans les matériaux CC. En effet, Yamaguchi et al. [Yam82] ont étudié la déformation plastique d'un monocristal de Fe-54%C et ils ont montré que le système $\{110\}\langle 111 \rangle$ était le système de glissement activé. Plus tôt, Cox et al. [Cox57] avaient montré que le système de glissement activé dans le fer pur était aussi ce système. De même, l'indentification des systèmes de glissement activés dans les alliages Fe-Si a démontré que seul le système $\{110\}\langle 111 \rangle$ était activé (Hull [Hul63], Sestak et Blahovic [Šes70] et Taoka et al. [Tao64]).

I.4. Recristallisation dans les matériaux CC

Sachant que les deux alliages de Fe-Co étudiés ici sont recuits dans le domaine ferritique, un rappel sur les mécanismes de restauration et de recristallisation dans les matériaux CC est nécessaire.

I.4.1 Les mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid

L'énergie emmagasinée, dans un matériau déformé plastiquement, est dissipée au cours du recuit lors de deux processus importants : la restauration et la recristallisation.

I.4.1.1 La restauration

La restauration est un processus thermiquement activé qui vise à stabiliser une microstructure hors équilibre et qui aboutit à un adoucissement du matériau. Elle est à distinguer du processus de recristallisation, en ce sens qu'elle conserve la texture initiale et ne génère pas de nouveaux grains. Elle s'effectue au niveau de la sous-structure et n'affecte que la densité de dislocations, les sous-joints et les sous-grains. Il est d'usage de distinguer deux types de restauration, même si les mécanismes fondamentaux sont similaires [Ade10] :

- la restauration dynamique qui s'opère au cours de la déformation à chaud.
- la restauration statique, mise en jeu lors du recuit d'un matériau déformé à froid.

Dans le cadre de notre étude, la restauration statique sera décrite pour l'alliage Fe-49%Co-2%V.

I.4.1.1.1 Force motrice de la restauration

Après une déformation à froid, le matériau est dans un état instable. Une quantité d'énergie est stockée dans le matériau déformé de par l'énergie apportée par le travail plastique au cours de la déformation. Elle correspond à environ 1 à 10% de cette énergie de déformation, le reste étant dissipé par échauffement [Ver07].

Energie stockée

L'énergie stockée provient des dislocations produites et accumulées au cours de la déformation.

1. Energie stockée par les dislocations

Les distorsions autour des dislocations entraînent une énergie supplémentaire dans le matériau. En négligeant l'énergie de cœur des dislocations et en ne considérant que l'énergie élastique, l'énergie stockée dans le matériau se traduit par [Hur04] :

$$E = \alpha \rho \mu b^2 \quad (\text{I.9})$$

Avec,

- ρ : densité de dislocations
- b : vecteur de burgers
- μ : module de cisaillement
- $\alpha \approx 0,2 - 0,5$

2. Energie stockée par la structure en sous-grains

L'énergie de surface des sous-joints γ_s peut être évaluée grâce à l'équation de Read et Shockley [Rea50], qui prend en compte la désorientation θ entre deux sous-grains ($\theta < 15^\circ$) :

$$\gamma_s = \frac{\mu a}{4\pi(1-\nu)} \times \theta [A - \ln \theta] \quad (\text{I.10})$$

Avec,

μ : module de cisaillement
 a : paramètre de maille
 ν : coefficient de Poisson
 θ : désorientation entre sous-grains
 A : constante

En incorporant les données relatives à un joint de grains désorientés de $\theta_m = 15^\circ$, Read [Rea53] a proposé l'équation suivante pour l'énergie d'un sous-joint :

$$\gamma_s = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left[1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta_m}\right) \right] \quad (\text{I.11})$$

L'indice « m » se réfère à un joint de grain tel que $\theta_m = 15^\circ$. Les auteurs ont proposé ce modèle pour un sous-joint parfait. Hurley et Humphreys [Hur03] rappellent que la plus grande source d'erreur du calcul de l'énergie stockée dans l'état déformé réside dans l'utilisation de la relation de Read et Shockley [Rea50] puisqu'elle ne tient pas compte de l'énergie stockée à l'intérieur des cellules de dislocations.

Ainsi, pour une microstructure formée de sous-grains bien définis et équiaxes [Dil67, Sam08], l'énergie stockée $E_{\text{stockée}}$ dans le matériau peut-être reliée au diamètre moyen des sous-grains d et à l'énergie de surface des sous-joints :

$$E_{\text{stockée}} = 3 \gamma_s / d \quad (\text{I.13})$$

En combinant avec l'équation I.11, on obtient :

$$E_{\text{stockée}} = \frac{3\gamma_m}{d} \times \frac{\theta}{\theta_m} \left[1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta_m}\right) \right] \quad (\text{I.14})$$

Pour des sous-grains non équiaxes on se rapportera à la formule modifiée par Samet et al. [Sam08]

I.4.1.1.2 Mécanismes de restauration

La restauration se déroule en trois étapes : *annihilation des dislocations*, *formation de sous-grains* et *croissance de sous-grains* (Figure I.22).

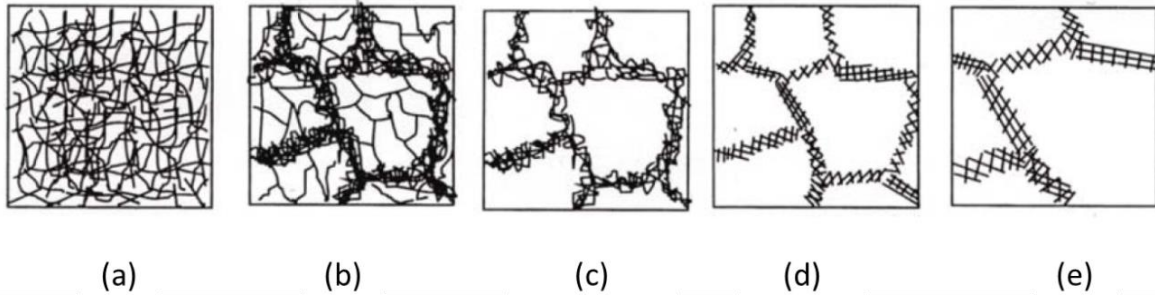


Figure I.22 : Différents stades de la restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique. (a) Enchevêtrement de dislocations, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation de sous-grains et (e) croissance de sous-grains [Hum05].

Annihilation et réarrangement des dislocations : durant la restauration, l'énergie stockée par la microstructure au cours de la déformation diminue grâce au mouvement des dislocations. Deux processus entrent en jeu : l'annihilation et le réarrangement des dislocations permettent d'aboutir à une configuration de faible énergie.

Formation de sous-grains : deux cas de figure peuvent se présenter :

La polyгонisation [Hum05] : un nombre inégal de dislocations de signes différents est formé durant la déformation. L'excès de dislocations de même signe ne peut pas être éliminé par annihilation. Durant le recuit, cet excès de dislocations s'arrange en une configuration de faible énergie sous forme de murs ou de joints à faible angle.

Formation de sous-grains : dans le cas d'un matériau polycristallin, ce qui est le cas de nos alliages, soumis à de fortes contraintes, les structures de dislocations produites pendant la déformation et le recuit sont complexes. En effet, dans un matériau de moyenne énergie de fautes d'empilement, les dislocations sont arrangées sous forme de cellules de dislocations. Les murs de ces cellules sont alors constitués d'un enchevêtrement de dislocations. Durant le recuit, ils s'arrangent en un réseau plus régulier de dislocations ou se transforment en joints à faible angle. Les cellules se transforment alors en sous-grains. La transformation des murs de cellules en sous-joints de grains est considérée comme un stade bien identifié du processus de restauration.

I.4.1.2 La recristallisation

La recristallisation se traduit par la formation de nouveaux grains, exempts de dislocations, dans un matériau déformé. Dans la plupart des cas, elle se développe grâce à la migration de joints de grains à grands angles (caractérisés par une désorientation supérieure à 15°) [Ett07]. Cette migration est gouvernée par l'énergie stockée induite par la déformation [Doh97]. La recristallisation est souvent suivie par une croissance de grains, qui nécessite la migration des joints de grains et dont la force motrice est uniquement la réduction de la surface totale des joints de grains dans la microstructure.

I.4.1.2.1 Germination

La germination coïncide avec la formation de régions de faible taille exemptes de défauts, susceptibles de croître rapidement dans la matrice écrouie. La croissance des germes

est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. Dans une zone cellulaire, par exemple, un germe potentiel peut atteindre la taille critique nécessaire à son développement au détriment des autres voisins soit par croissance des cellules, soit par coalescence [Jak04]. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation [Hur04]. Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la distribution des orientations dans l'état déformé. De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elle est observée dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de la déformation plastique (les bandes de transition et bandes de cisaillement qui sont associées à de fortes désorientations et/ou à de fortes densités de dislocations) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination [Jak04]. La germination peut dans ce cas être définie par le mécanisme de SIBM : (Strain Induced Boundary Migration) schématisé sur la Figure I.23 [Bec50, Bai62, Bel77, Haa93, Ino87]. Le moteur de ce mécanisme est la différence d'énergie stockée de part et d'autre d'un joint de grains, qui conduit à la courbure d'une partie du joint préexistant dans la matrice déformée, laissant derrière lui une région libre de dislocations. Ceci entraîne une condition sur la taille (L) du segment migrant. Bailey et Hirsch [Bai62] ont établi cette condition (Figure I.23 a) qui est donnée par la relation suivante :

$$L > 2\gamma/\Delta E \quad (\text{I.15})$$

Où : γ est l'énergie interfaciale du joint, et ΔE la différence d'énergie stockée ($E_1 - E_2$). Cette équation montre qu'il faut que la différence d'énergie stockée, c'est-à-dire la différence de densité de dislocations, soit suffisante pour que la migration du joint se produise.

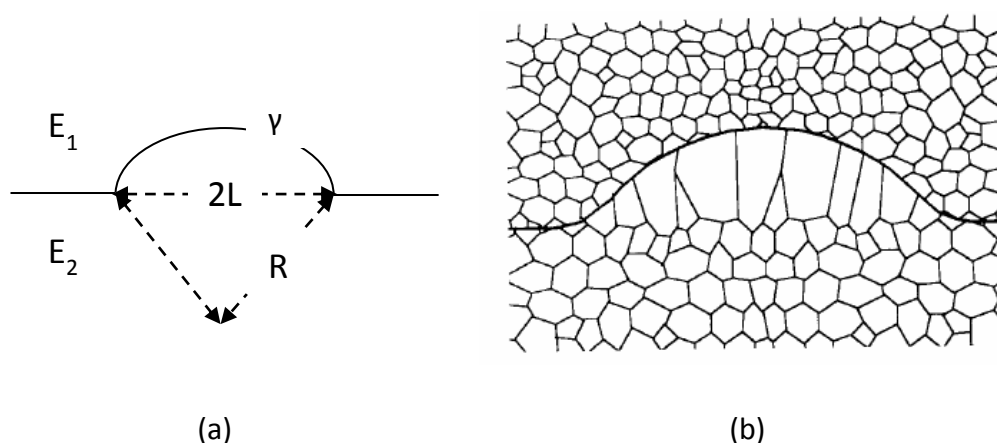


Figure I.23 : (a) Modèle de migration induite par la déformation ($E_1 > E_2$) [Bai62], (b) Schéma du SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [Hur04].

I.4.1.2.2 Croissance

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie stockée au cours de la déformation. La vitesse de migration du joint qui sépare le germe en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement de [Hur04]:

- la température,
- la désorientation du grain en croissance avec la matrice
- la pureté du métal.

I.4.1.2.3 Migration des joints de grains

Le déplacement du joint de grains dans le réseau est un problème très complexe du fait des interactions du joint avec d'une part, les défauts cristallins et d'autre part, les impuretés et les précipités. La vitesse de migration des joints de grains est donnée par l'équation I.16 [Hur04] :

$$\frac{dV}{dt} = M \times \Delta f \quad (\text{I.16})$$

Où, M est la mobilité du joint de grains migrant et Δf la force résultant de la différence entre la force motrice fournie par l'énergie emmagasinée sous forme de dislocations et les forces de freinage exercées par les précipités ou les impuretés.

Chapitre II

Chapitre II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1. Matériaux étudiés

II.1.1 AFK502 (alliage Fe-49%Co-2%V)

Le premier matériau étudié est un alliage magnétique doux Fe-49%Co-2%V. Ce matériau, fourni par Aperam alloy Imphy, est dénommé AFK502. Il a été laminé à chaud jusqu'à une épaisseur de 2mm, puis laminé à froid jusqu'à une épaisseur de 0,35mm (83% de réduction). La composition chimique en pourcentage massique est donnée dans le tableau II.1. Après laminage à froid, l'AFK502 a subi des traitements de recuit, statique et au défilé, à différentes températures et différentes vitesses de défilement dans le four. Les échantillons que nous avons étudiés sont décrits dans le tableau II.2. Les temps de maintien du recuit au défilé ont été calculés à partir des vitesses de défilement des échantillons dans le train de laminoir. Sachant que la longueur du four est de 1,2m, les vitesses de défilement étant imposées, les temps de maintien correspondant sont indiqués dans le tableau II.3.

Les deux paramètres, température et temps de maintien, ont été choisis en fonction des valeurs de pertes magnétiques et de limite d'élasticité recherchées. Rappelons que l'industrie aéronautique cherche des limites d'élasticité supérieures à 600MPa et en même temps des pertes magnétiques inférieures à 100 W/kg à 400 Hz et 15 kG.

Tableau II.1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'AFK502.

| %Co | %V | %Nb |
|-----|----|------|
| 49 | 2 | 0,04 |

Tableau II.2 : Description des différents paramètres choisis pour les deux recuits étudiés.

| | Recuit statique | Recuit au défilé |
|--|-----------------|-------------------------------|
| Vitesse de montée en températures | 300 °C/h | EFC (enfournement four chaud) |
| Température | 710 °C | 840 °C |
| Temps de maintien | 2 mn à 8 h | 15 s à 60 s |
| Vitesse de refroidissement | 150 °C/h | 3000 °C/h |

Tableau II.3 : Valeurs des temps de maintien du recuit au défilé en fonction des vitesses de défilement.

| Vitesse de défilement (m/mn) | Longueur du four (m) | Temps de maintien (s) |
|------------------------------|----------------------|-----------------------|
| 1,2 | 1,2 | 60 |
| 2,4 | | 30 |
| 3,6 | | 20 |
| 4,8 | | 15 |

II.1.2 AFK1 (Alliage Fe-27%Co)

Le second alliage étudié est à base de fer, avec 27% de cobalt. Cet alliage est dénommé industriellement AFK1. De plus, il contient 0,5% de Chrome. L'AFK1 a été préparé par Aperam alloys Imphy. Il a subi les traitements thermomécaniques décrits sur la figure II.1. La tôle finale d'AFK1 a une épaisseur de 0,2mm.

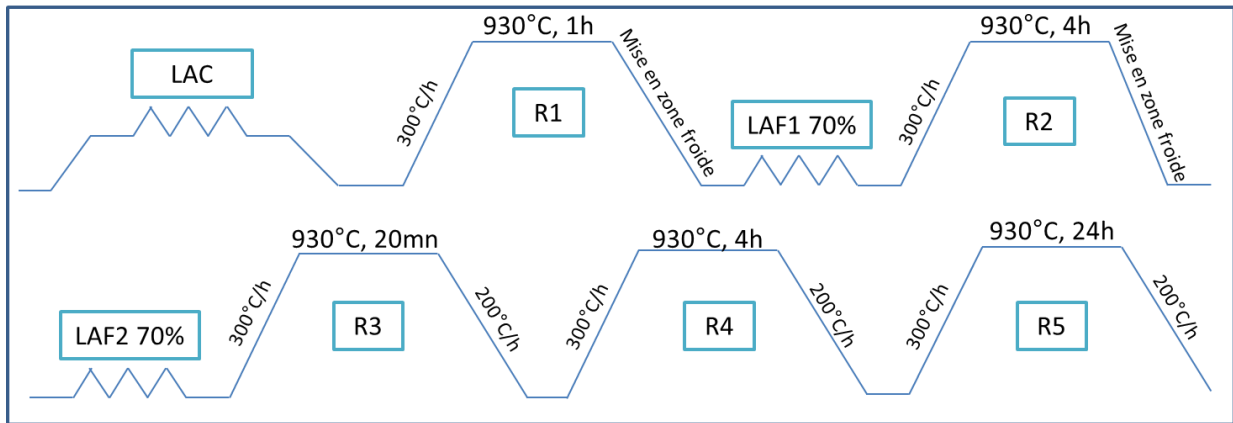


Figure II.1 : Traitements thermomécaniques de l'alliage Fe-27%Co.

L'alliage subit un laminage à chaud (plusieurs états laminés à chaud pour différents paramètres de laminage seront étudiés), suivi d'un premier recuit à 930°C permettant la formation de la Goss et de la Cube tournée. Ensuite, l'AFK1 subit un double laminage à froid de 70% avec un recuit intermédiaire à 930°C. Finalement, la tôle doublement laminée à froid subit trois recuits finaux successifs à 930°C pour de longs temps de maintien (20mn, 4h et 24h) afin de favoriser la croissance normale de la Goss.

II.2. Techniques expérimentales

II.2.1 Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction : EBSD)

La technique EBSD peut être utilisée pour caractériser l'orientation cristallographique des grains. Elle présente l'avantage de pouvoir mettre en valeur des corrélations entre microstructure et texture. Le principe physique de la formation des diagrammes de Kikuchi est similaire à celui qui existe en microscopie électronique en transmission (Figure II.2) [Bau08].

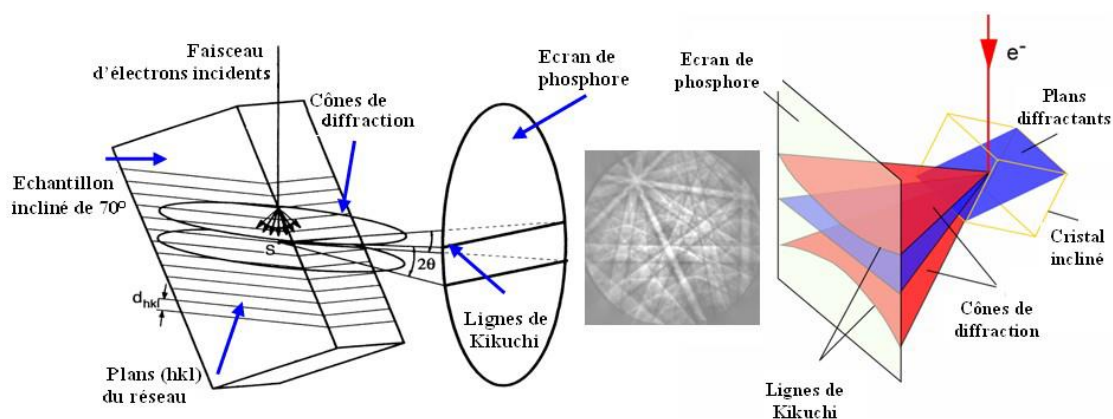


Figure II.2 : Principe de la formation des diagrammes de Kikuchi [Bau08].

Le faisceau incident est initialement diffusé dans un large domaine angulaire, ainsi, les électrons divergent à partir d'une source ponctuelle située à proximité de la surface de l'échantillon. Dans le cas où la condition de Bragg est satisfaite, les électrons sont alors diffractés par les plans cristallins selon des cônes (chaque cône correspond à une famille de plans cristallins). L'intersection de ces cônes avec un plan "d'enregistrement" (écran phosphorescent) donne un ensemble de paires de lignes quasi-parallèles (appelées bandes de Kikuchi) qui se croisent sur l'écran et sont capturés, à ce jour par des détecteurs CDD.

L'écroissage d'un matériau diminue la qualité des diagrammes de Kikuchi du fait de la distorsion du réseau cristallin. Le logiciel OIM^(TM) (Orientation Imaging Microscopy), utilisé dans le cadre de cette étude, affecte à chaque diagramme un indice de qualité déterminé à partir de l'intensité des pics détectés dans l'espace de Hough [Bau08]. La figure II.3 donne des exemples de diagrammes de Kikuchi : le premier diagramme correspond à la diffraction d'une zone recristallisée (valeur élevée de l'indice de qualité) et le second à la diffraction d'une zone déformée (faible valeur de l'indice de qualité, IQ).

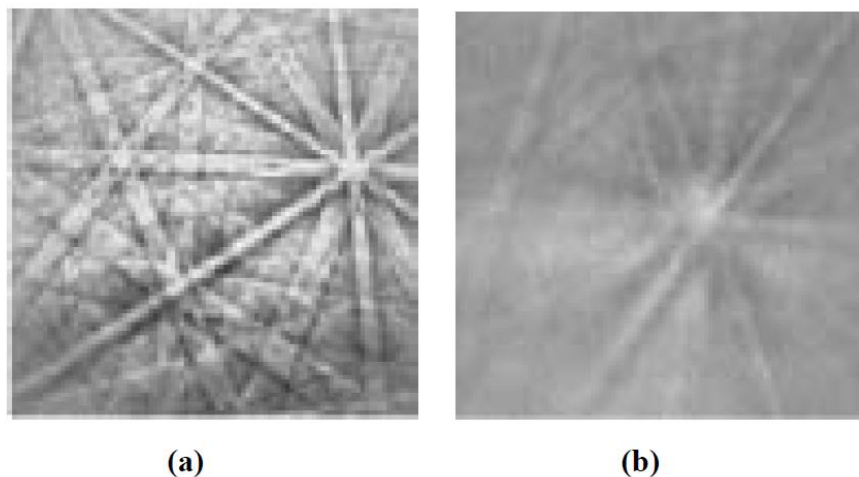


Figure II.3 : Exemples de diagrammes de Kikuchi. (a) Zone recristallisée et (b) zone écroûie [Sam05].

A partir de cet indice de qualité, il est alors possible de construire une cartographie de la microstructure en niveaux de gris les zones de couleur plus claire correspondent, par exemple, à des grains recristallisés et les zones plus sombres à des grains moins bien recristallisés. Ces dernières peuvent correspondre à un état de restauration ou d'écroissage plus difficile à indexer. Ces zones sombres peuvent aussi correspondre à des joints de grains. Un exemple de microstructure de l'alliage AFK502 reconstruite en utilisant l'indice de qualité est montré sur la figure II.4 (noir = faible IQ et blanc = fort IQ). L'image de la microstructure a été analysée dans le plan (DL, DN), avec :

DL : direction de laminage

DT : direction transverse

DN : direction normale au plan de laminage (DL-DT)

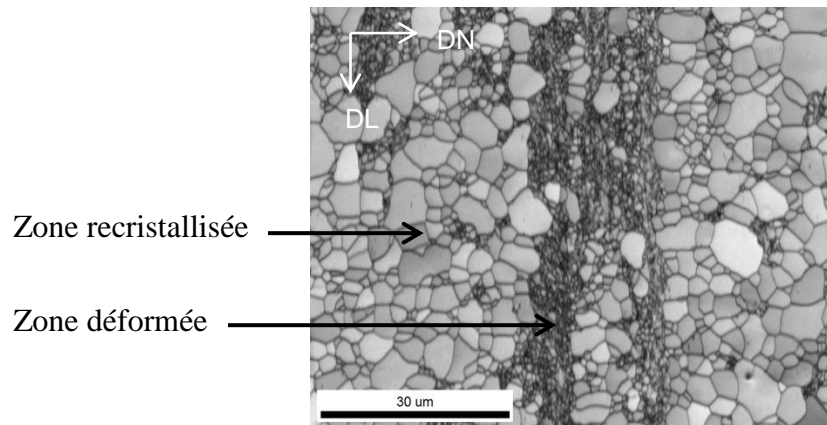


Figure II.4 : Exemple de reconstruction, à partir du logiciel OIM™, de la microstructure de l'AFK502 recuit à 840°C avec V (vitesse de défilement dans le four) = 3,6 m/mn. Distribution des IQ.

L'EBSD permet de corréler la microstructure à la texture. En effet, l'EBSD permet de reconstruire la microstructure de la surface analysée en fonction des orientations cristallographiques. Pour ce faire, on utilise généralement un code de couleurs défini dans le triangle standard. La figure II.5 montre un exemple de cartographie d'orientations cristallographiques (distribution des plans cristallographiques parallèles au plan de laminage) de l'AFK502 recuit à 840°C avec une vitesse de défilement (V) de 3,6 m/mn.

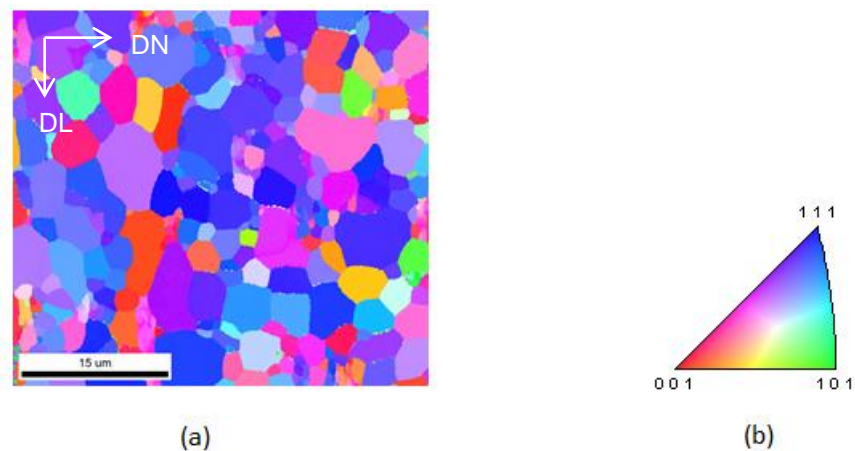


Figure II.5 : (a) Exemple de cartographie d'orientations cristallographiques (distribution des plans $\{hkl\}$ // (DL, DT)) de l'AFK502 recuit à 840°C (V = 3,6 m/min) tracée en utilisant le code de couleurs défini dans (b) le triangle standard.

Les caractérisations de la microstructure et de la texture ont été réalisées au laboratoire à l'aide d'un microscope à balayage FEG-SEM supra 55VP utilisé à 25kV et équipé d'une caméra Hikari (TSL-EDAX) et du logiciel OIM™. Les figures de pôles obtenues par EBSD ont été calculées en utilisant la méthode harmonique (L = 22), chaque orientation étant modélisée par une gaussienne ayant une largeur à mi-hauteur de 5°.

II.2.2 Diffraction des rayons X

L'intensité des rayons X, diffractée par un échantillon polycristallin dépend, entre autres, du volume des cristallites qui sont en position de diffraction (position de Bragg). Ce volume dépend de la position (orientation) de la tôle par rapport au faisceau des rayons X. Pour faire varier la position de la tôle, par rapport au faisceau, l'échantillon est positionné alors sur un goniomètre de texture. Deux montages sont utilisés : le montage en transmission où l'échantillon, traversé par les rayons X, est mince et celui en réflexion (Montage de Schulz [Sch49]), où l'échantillon est épais. Ce dernier montage est le plus utilisé et notamment dans ce travail. L'échantillon est placé au centre d'un goniomètre de texture en position de diffraction, à un angle de Bragg θ correspondant aux conditions de diffraction d'une famille de plans cristallographiques $\{hkl\}$ (Figure II.6). Il est alors soumis à un mouvement de translation et deux mouvements de rotation, radial (angle χ) et azimutal (angle η). A chaque instant, l'intensité diffractée reçue par le compteur est proportionnelle à l'intensité incidente et au volume de cristallites dont les plans $\{hkl\}$ sont en condition de diffraction. En relevant cette intensité diffractée, pour des valeurs de χ variant de 0 à 70° et des valeurs de η de 0 à 360°, l'ensemble de la texture est ainsi mesuré. Cette dernière est ensuite représentée sous forme de figures de pôles incomplètes (projections stéréographiques de la distribution de la densité des normales aux plans $\{hkl\}$ diffractant dans le repère de l'échantillon). Cette méthode de Schulz [Sch49] ne permet pas d'obtenir des figures de pôles complètes.

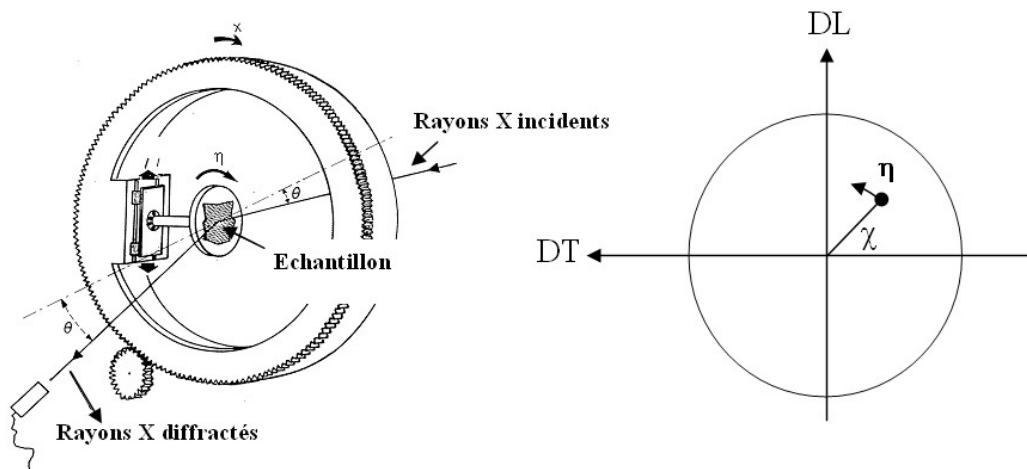


Figure II.6 : Goniomètre de texture : montage de Schulz [Sch49].

La technique présente les limitations suivantes :

Une faible pénétration : c'est une mesure en réflexion en surface.

Les figures de pôles sont incomplètes : la valeur de χ est limitée à 70-80°.

Les corrections sont importantes (bruit de fond, défocalisation, volume absorbant) ce qui induit un taux d'erreurs sur les figures de pôles de 5 à 10%.

En revanche, cette mesure présente l'avantage d'être assez rapide, dans notre cas, un temps de comptage de l'ordre de 3h 30min est nécessaire pour mesurer simultanément les trois figures de pôles grâce à l'utilisation d'un multi-compteur PSD (Position Sensitive Détecteur). Les mesures de texture par diffraction des rayons X ont été réalisées au laboratoire au moyen d'un goniomètre de texture de type Siemens-Lücke avec un rayonnement $\text{Co K}\alpha$ ($\lambda = 1,788 \text{ \AA}$)

et une tension d'accélération de 30kV. Les figures de pôles $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ ont été mesurées suivant des cercles concentriques, en faisant varier l'angle χ de 0 à 70° avec un pas de 5° et l'angle η de 0 à 360° avec un pas de 5°. Les données sont ensuite analysées en utilisant la méthode ADC (Arbitrarily Defined Cells) [Paw91] via le logiciel Labotex, afin de calculer la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) et les figures de pôles complètes.

II.2.3 Mesure du taux d'ordre par diffraction des neutrons

Les expériences ont été réalisées sur le diffractomètre G4-1 (Figure II.7) du Laboratoire Léon Brillouin (LLB), dans le réacteur Orphée du CEA de Saclay. Le diffractomètre est installé sur un guide de neutrons froids, et est équipé d'un monochromateur focalisant verticalement, en graphite pyrolytique, qui fournit un faisceau monochromatique de longueur d'onde $\lambda = 2,4266 \text{ \AA}$. Le multi-détecteur linéaire à gaz BF₃, où ont lieu des réactions de capture nucléaire, est constitué de 800 cellules, espacées de 0,1°.

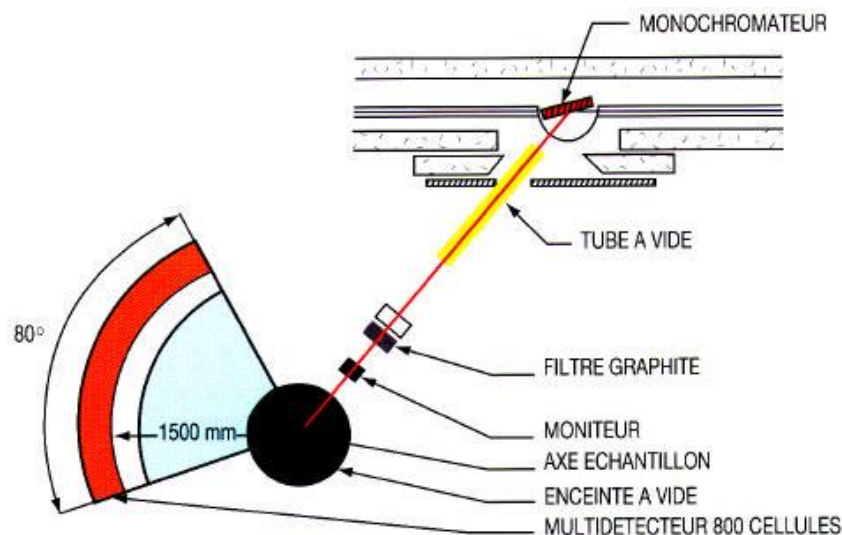


Figure II.7 : Schéma de principe du diffractomètre à deux axes G4-1 situé dans le réacteur Orphée (CEA Saclay) [Gal11].

Les échantillons de Fe-Co, réduits sous forme de poudres d'un volume de 1cm³ sont ensuite placés dans un porte-échantillon cylindrique à parois fines, en vanadium (qui diffracte très peu aux neutrons). Ce dernier est situé dans une enceinte étanche traversée par le faisceau. Les expériences ont été réalisées sous vide à température ambiante.

Le domaine angulaire en 2θ choisi s'étend de 22° à 102°.

Analyse des résultats

Les diagrammes de diffraction neutronique sur poudre ont été analysés grâce au programme d'ajustement Fullprof [Rod93], basé sur la méthode de Rietveld.

Le taux d'ordre a été calculé en considérant que le pic (100) est éteint pour la structure désordonnée et qu'il n'est présent que lorsque la structure est ordonnée [Gal11]. Ensuite, l'intensité intégrée de ce pic a été insérée dans l'équation donnée par Duckham et al. [Duc03] pour le calcul du taux d'ordre d'un alliage Fe-49%Co-2%V (Equation III.1).

$$S = \sqrt{\frac{I(100)/I(110)_{\text{échantillon}}}{I(100)/I(110)_{\text{ordonné}}}} \quad (\text{II.1})$$

Les intensités intégrées des pics (100) et (110) d'un échantillon complètement ordonné ont été calculées par l'intermédiaire du logiciel Fullprof [Rod93].

L'équation II.1 a été utilisée pour calculer les taux d'ordre à grande distance et également à courte distance. Comme on peut le voir sur la figure II.8, le pic (100) peut, en première approximation, se décomposer en deux parties (zone orange et zone bleue) : la première correspond à l'ordre à grande distance (LRO) sur 30 à 50nm et la seconde correspond à l'ordre à courte distance (SRO) sur quelques nanomètres.

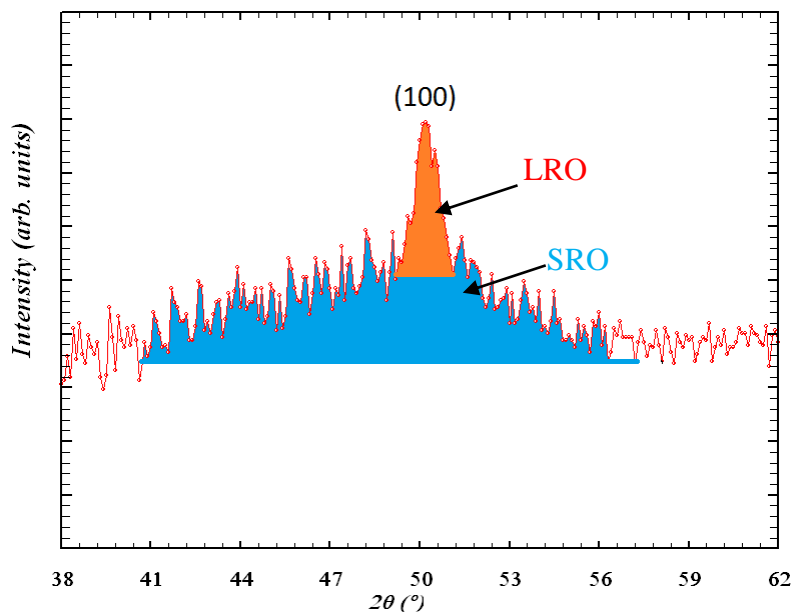


Figure II.8 : Méthode de calcul de l'ordre à grande distance et à courte distance avec le logiciel Fullprof [Rod93].

II.2.4 Mesure des pertes magnétiques

La mesure des pertes magnétiques a été effectuée à Aperam Imphy alloys selon la norme IEC 404 6 (International Electrotechnical Commission), par la méthode dite du « wattmètre ». Le courant primaire magnétisant (partie gauche de figure II.9) ainsi que la tension secondaire V1 aux bornes du bobinage secondaire de l'éprouvette utilisée comme noyau de transformateur, sont raccordés à un Wattmètre, qui opère analogiquement leur « multiplication ». En effet les pertes magnétiques P sont obtenues selon :

$$P = \int u \cdot i \cdot dt \quad (\text{III.2})$$

La figure III.9 présente le schéma de connexion des appareils :

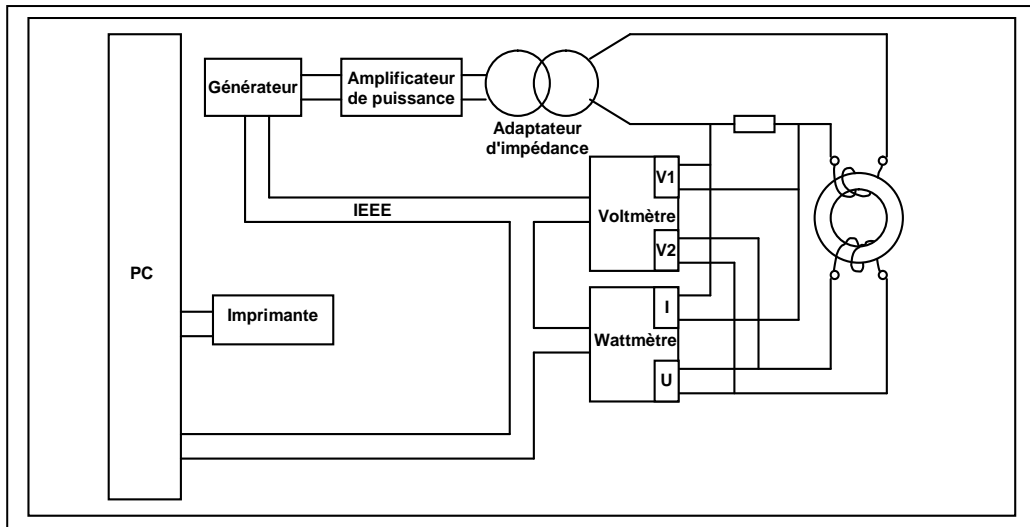


Figure II.9 : Circuit utilisé pour la méthode du Wattmètre [IEC86].

La valeur de perte totale P_c , est calculée par l'intermédiaire de l'équation III.3.

$$P_c = [(N_1/N_2) \times P_m] - [(1,111|\bar{U}_2|)^2/R_i] \quad (\text{III.3})$$

Où :

- P_c : Pertes totales calculées de l'éprouvette
- P_m : Puissance mesurée par le Wattmètre
- N_1 : Nombre de spires de l'enroulement primaire
- N_2 : Nombre de spires de l'enroulement secondaire
- R_i : Résistance équivalente combinée
- \bar{U}_2 : Valeur moyenne redressée de la tension secondaire

Les pertes totales spécifiques P_s (W/kg) ont été obtenues en divisant P_c par la masse de l'éprouvette (kg).

a- Mesure de la tension :

La valeur moyenne de la tension secondaire a été mesurée à l'aide d'un voltmètre de valeur moyenne redressée.

b- Mesure de la fréquence :

La fréquence a été mesurée à l'aide d'un fréquencemètre.

c- Mesure de la puissance :

La puissance a été mesurée au moyen d'un wattmètre adapté à des circuits à faible facteur de puissance.

II.2.5 Mesure des propriétés mécaniques

La limite d'élasticité des éprouvettes d'AFK502 a été mesurée à Aperam Imphy alloys à l'aide d'une machine de marque Zwick.

Les éprouvettes avaient une largeur de 12,5mm et une longueur de 70mm. Les vitesses de déformation étaient : vitesse dans le domaine d'élasticité égale à 0,0025m/mn, puis une vitesse égale à 0,2m/mn pour la suite de l'essai.

II.2.6 Identification des systèmes de glissement activés

II.2.6.1 Simulation VPSC (Visco-plastic self-consistent model)

Des simulations basées sur le model VPSC [Leb93] ont été réalisées. Dans ce modèle, chaque grain est traité comme une inclusion ellipsoïdale viscoplastique intégrée dans un milieu homogène équivalent (HEM : homogeneous equivalent medium). Les inclusions et les HEM ont des propriétés anisotropes. Le HEM représente l'environnement moyen vu par chaque grain. La déformation est basée sur l'activation des mécanismes de glissement cristallographique et maclage par les cissions résolues critiques (CRSS Critical Resolved Shear Stress). A partir du problème de l'inclusion élastique d'Eshelby [Esh57], des approches ont été développée pour traiter le comportement élastoplastique des polycristaux [Hil65]. Hutchinson [Hut76] a proposé une extension du schéma auto-cohérent de Hill [Hil65] dans le cas de déformations viscoplastiques. Molinari et al. [Mol87] ont ensuite développé une formulation non incrémentale, basée sur une approximation tangente de la relation non linéaire entre la contrainte et le taux de déformation pour la modélisation du comportement mécanique et des évolutions de textures en grandes déformations. Lebensohn et Tomé [Leb93] ont amélioré ce schéma non incrémental dans le modèle VPSC pour simuler les grandes déformations plastiques pour les matériaux hexagonaux, trigonaux et orthorhombiques.

Dans cette section, les équations principales du modèle seront rappelées. Plus de détails sur ces équations sont montrés dans les études de Molinari et al. [Mol87] et de Lebensohn et Tomé [Leb93].

Le comportement viscoplastique local d'un grain donné est décrit par l'équation non linéaire de la vitesse de déformation :

$$\varepsilon_{ij}(\bar{x}) = \sum_s m_{ij}^s \gamma^s(\bar{x}) = \gamma_0 \sum_s m_{ij} \left(\frac{m_{kl}^s \sigma_{kl}(\bar{x})}{\tau_0^s} \right) \quad (\text{II.4})$$

τ_0^s est le seuil de contrainte, m_{ij}^s est le tenseur symétrique de Schmid associé à un système de glissement (s), $\varepsilon_{ij}(\bar{x})$ est la vitesse de déformation déviatorique, $\sigma_{kl}(\bar{x})$ est la contrainte déviatorique, $\gamma^s(\bar{x})$ est le taux de cisaillement locale, γ_0 est un facteur de normalisation et n est le paramètre de la sensibilité de l'orientation cristallographique d'un glissement au taux de déformation.

Les paramètres libres du modèle sont le CRSS et le comportement de durcissement de chaque glissement. Dans le cas de grande déformation, la contrainte d'écoulement peut converger vers une valeur limites (valeur de saturation). Dans ce cas, beaucoup de polycristaux se comportent suivant une loi de durcissement proposé par Voce [Leb93, Tom84]. La loi de durcissement Voce donne une description du taux de durcissement élevée observée au début de la plasticité et qui baisse vers un taux constant à des contraintes élevées. Pour ce faire,

la contrainte critique de cisaillement τ^s évolue en fonction de la somme des contraintes de cisaillement accumulées Γ , comme le montre l'équation suivante :

$$\tau^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{\theta_0^s \Gamma}{\tau_1^s}\right) \right\} \quad (\text{II.5})$$

τ_0^s et θ_0^s décrivent la contrainte d'écoulement initiale et le taux de durcissement initiale, respectivement. Les paramètres τ_1^s and θ_1^s décrivent les caractéristiques asymptotiques de durcissement. Les valeurs des paramètres de durcissement Voce utilisés dans cette étude sont : $\tau_0^s = 1\text{MPa}$, $\tau_1^s = 0\text{MPa}$, $\theta_0^s = 1\text{MPa}$ et $\theta_1^s = 1\text{MPa}$, et correspondent à un durcissement linéaire. Le paramètre n est pris tel que $n = 20$.

La déformation a été simulée en imposant des incréments successifs de déformation. A chaque étape de la déformation, les conditions limites en termes de gradient de vitesse sont imposées. Le gradient de vitesse imposée correspond à une traction dans la direction de laminage et une compression dans la direction normale au plan de laminage.

$$L = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix} \quad (\text{II.6})$$

Trois systèmes de glissement ont été introduits dans le model VPSC, $\{110\} \langle 111 \rangle$, $\{112\} \langle 111 \rangle$ et $\{123\} \langle 111 \rangle$. La même valeur de CRSS a été prise pour tous les systèmes de glissements. Les textures initiales utilisées pour les simulations ont été décrites par 2000 orientations. Ces textures correspondent aux textures initiales obtenues expérimentalement.

II.2.6.2 Calcul des angles entre les traces de glissement et les directions de sollicitation, en utilisant les angles d'Euler

L'identification des systèmes de glissement activés dans chaque grain peut se faire par observation des microstructures de dislocations au MET, permettant la détermination des plans et des directions selon lesquels les dislocations glissent. Un autre moyen pour déterminer les systèmes de glissement activés est la technique EBSD couplée à l'analyse des traces de lignes de glissement en surface [Bar07].

L'EBSID permet de déterminer l'orientation de chaque grain, c'est-à-dire ses 3 angles d'Euler. Pour cela, différentes notations ont été proposées, dont les plus utilisées sont les notations de Bunge ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) [Bun82] et de Roe (ψ, θ, φ) [Roe65]. Ici, nous utiliserons la première notation (Figure II.10) sachant qu'il existe des relations simples entre les différents angles.

Les angles d'Euler décrivent les 3 rotations qui permettent de relier le référentiel échantillon au référentiel cristal. Une première rotation φ_1 est effectuée autour de DN. La

seconde rotation Φ , autour du nouvel axe DL' , permet de définir un nouveau repère. C'est autour de l'axe DN'' de ce nouveau repère que s'effectue la rotation φ_2 .

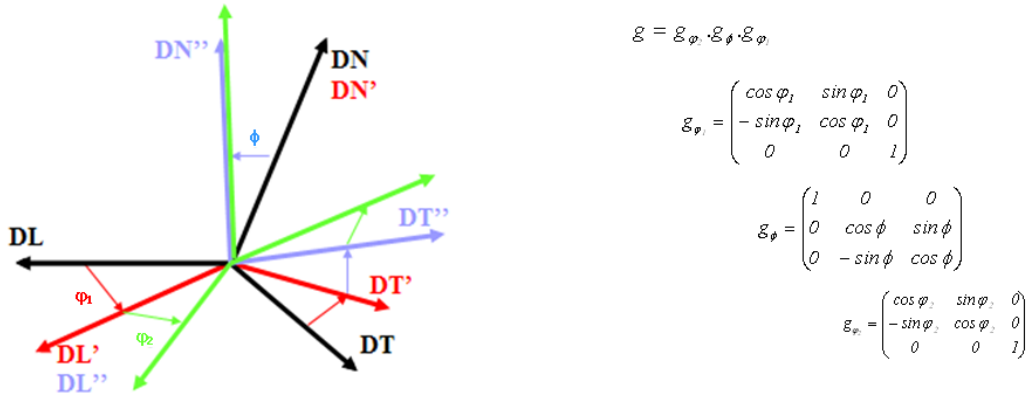


Figure II.10 : Description des angles d'Euler dans le cas d'une tôle laminée repérée par les directions DL, DT et DN [Bau08].

La matrice de rotation est définie comme suit :

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \varphi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix} \quad (\text{II.7})$$

Identification des systèmes de glissement

Pour chaque grain, les paramètres calculés sont :

- La matrice de rotation g (3 x 3) entre le repère de l'échantillon et celui du grain,
- L'angle α que fait la trace du plan de glissement dans le plan (DL, DT) avec l'axe de sollicitation dans la direction de laminage σ_{DL} .
- L'angle β que fait la trace du plan de glissement dans le plan (DL, DN) avec l'axe de sollicitation dans la direction normale au plan de laminage σ_{DN} .

La figure II.11 définit les deux angles α et β .

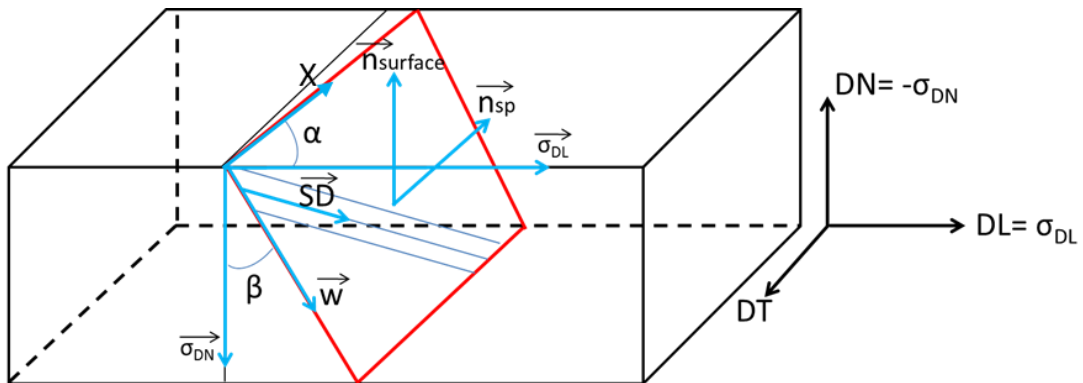


Figure II.11 : Définition des angles α et β qui caractérisent les traces d'un plan de glissement respectivement dans les plans de laminage et normal au plan de laminage (DL, DN).

n_{sp} est la normale au plan de glissement.

σ_{DL} est l'axe de chargement dans la direction DL (Traction).

σ_{DN} représente l'axe de chargement dans la direction DN (Compression).

w est le vecteur parallèle à la trace de glissement dans le plan (DL, DN).

$n_{surface}$ est la normale à la surface de laminage ($//DN$).

Comme on peut l'observer sur la figure II.11, l'intersection entre le plan de glissement et la surface (DL, DT) peut être obtenue en calculant le produit scalaire entre σ_{DL} et X. X est le résultat du produit vectoriel entre n_{sp} et $n_{surface}$, $n_{surface}$ étant égal à $-\sigma_{DN}$.

Donc, $\cos\alpha$ peut être exprimé comme suit :

$$\cos\alpha = \left(\frac{(n_{sp} \wedge -\sigma_{DN}) \cdot \sigma_{DL}}{\|n_{sp} \wedge -\sigma_{DN}\| \cdot \|\sigma_{DL}\|} \right) \quad (II.8)$$

Afin de fixer l'angle α , $\sin\alpha$ doit être calculé.

$\sin\alpha$ est égal à $\cos(90^\circ - \alpha)$. D'après la figure II.11, $\cos(90^\circ - \alpha)$ est égale au produit scalaire de DT et X. En substituant X par le produit vectoriel entre n_{sp} et $n_{surface}$ (avec $n_{surface} = -\sigma_{DN}$), $\sin\alpha$ est donné par :

$$\sin\alpha = \cos(90^\circ - \alpha) = \left(\frac{(n_{sp} \wedge -\sigma_{DN}) \cdot DT}{\|n_{sp} \wedge -\sigma_{DN}\| \cdot \|DT\|} \right) \quad (II.9)$$

Le deuxième angle β est exprimé selon l'équation II.10 :

$$\cos\beta = w \cdot \sigma_{DN} \quad (II.10)$$

Pour chaque système de glissement possible, les deux angles α et β sont calculés. La comparaison entre ces deux angles calculés et les valeurs mesurées sur les cartographies EBSD permet d'identifier le(s) système(s) de glissement activé(s).

Chapitre III

Chapitre III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

III.1. AFK502

III.1.1 Résultats

Ce chapitre est consacré à la caractérisation globale de la microstructure et de la texture de tous les états métallurgiques qui permettent de développer les meilleures propriétés magnétiques et mécaniques de l'AFK502. Ces états proviennent des traitements thermomécaniques suivants : dans un premier temps, un laminage à froid est fait à Aperam Alloys Imphy sur des tôles laminées à chaud. Ensuite, les tôles laminées à froid ont été recuites au défilé dans un four industriel permettant d'avoir une vitesse de refroidissement élevée, estimée à 3000°C/h et obtenue par des jets d'eau. L'étude de la recristallisation est donc faite en comparant ce recuit au défilé à un recuit classique appelé industriellement « recuit statique ». Ce dernier consiste à traiter thermiquement des échantillons dans un four sous hydrogène à 710°C pendant des temps de maintien de 2mn à 8h, la vitesse de refroidissement étant plus faible (150°C/h).

La suite du chapitre sera consacrée à la corrélation entre les propriétés magnétiques / mécaniques et les paramètres microstructuraux dont le taux d'ordre.

III.1.1.1 Evolution des propriétés magnétiques et mécaniques en fonction des traitements thermiques.

Les premiers résultats, obtenus à Aperam Alloys Imphy, ont montré qu'un recuit au défilé donne de meilleures propriétés magnétiques et mécaniques que celles du recuit statique (Figure III.1). Pour expliquer cette différence, une étude comparative de l'évolution de la microstructure et de la texture après un recuit au défilé et après un recuit statique a été réalisée.

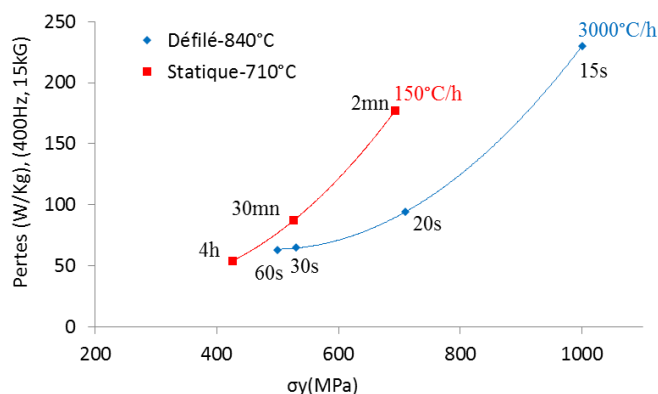


Figure III.1 : Evolution des propriétés magnétiques et mécaniques de l'AFK502, en fonction des traitements thermiques.

III.1.1.2 Evolution de la microstructure et de la texture en fonction des traitements thermiques

III.1.1.2.1 Etat laminé à chaud

La microstructure de l'AFK502 laminé à chaud présente un lignage des grains le long de la direction DL (Figure III.2). La microstructure présente une taille de grains moyenne de 9 μm .

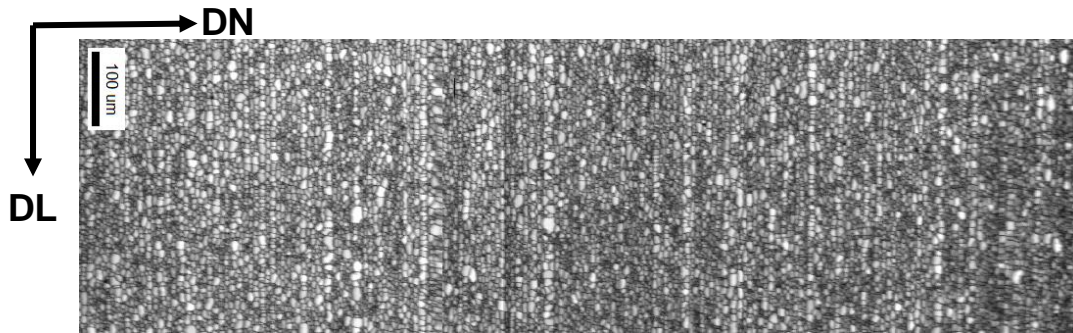


Figure III.2 : Microstructure de l'AFK502 laminé à chaud (distribution des IQ).

La distribution des désorientations des joints de grains est proche d'une distribution de Mackenzie pour un matériau isotrope (Figure III.3).

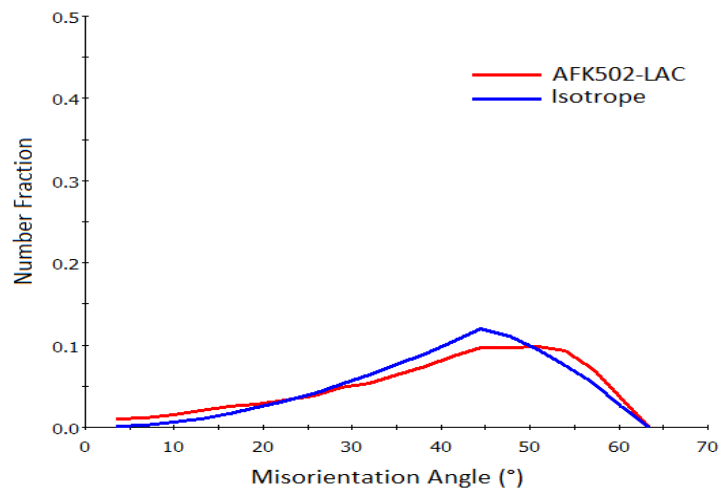


Figure III.3 : Distribution des angles de désorientation dans la tôle d'AFK502 laminée à chaud. Comparaison avec la distribution dans un matériau isotrope.

La texture de l'AFK502 laminé à chaud montre une hétérogénéité de la distribution des orientations cristallographiques dans l'épaisseur de la tôle (Figure III.4). Cette hétérogénéité peut être due au gradient thermique dans l'épaisseur de la tôle ou à la présence d'une composante de cisaillement plus importante en surface qu'à cœur de la tôle. Notons que si les mesures EBSD sont faites dans le plan DL-DN, la texture est décrite dans le plan (DL-DT).

Les cartographies d'orientations ne montrent pas de lignage, comme celui observé sur la cartographie de la microstructure (Figure III.2). Ce lignage n'est donc pas d'origine cristallographique.

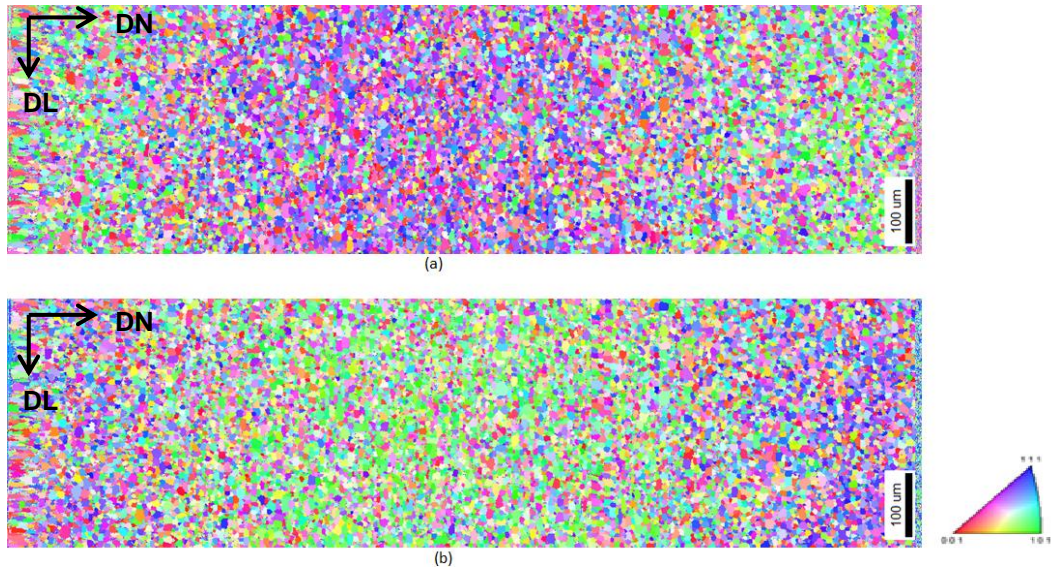


Figure III.4 : Cartographies d'orientations de l'AFK502 laminé à chaud. (a) Distribution des plans $\{hkl\}$ parallèles au plan de laminage (DL-DT) et (b) distribution des directions $\langle uvw \rangle$ parallèles à DL.

La figure III.5 présente la coupe à $\varphi_2 = 45^\circ$ de l'ODF du laminé à chaud en périphérie et à mi-épaisseur.

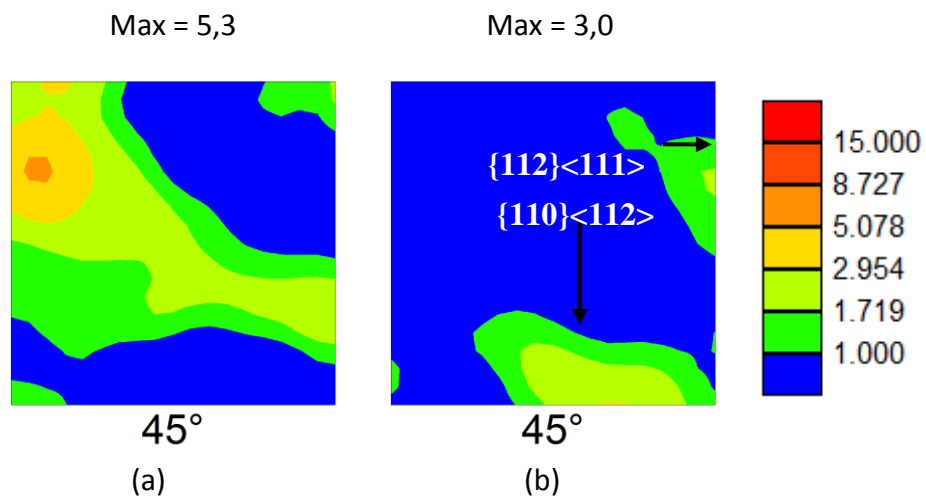


Figure III.5 : Texture de la tôle d'AFK502 laminée à chaud. (a) Texture du centre de la tôle, (b) texture des bords de la tôle.
Coupe d'Euler à $\varphi_2 = 45^\circ$.

La texture du laminé à chaud est composée principalement :

- Des composantes $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$ de la fibre α , et de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ de la fibre γ au centre de la tôle.
- Des composantes $\{110\}\langle 112 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ au bords de la tôle.

III.1.1.2.2 Etat déformé

La microstructure de l'AFK502, obtenue par EBSD, après 83% de laminage à froid est montrée sur la figure III.6.

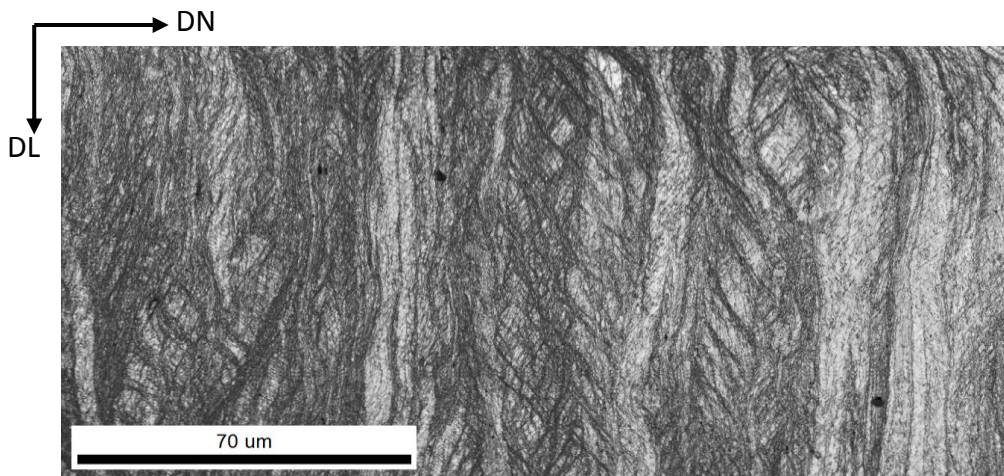


Figure III.6 : Microstructure de déformation de l'AFK502 après une réduction d'épaisseur de 83% (distribution des IQ).

La microstructure est formée de grains allongés le long de la direction DL, la taille de ces grains ne dépasse pas 10 μm dans la direction DN. Les grains sont composés de bandes de glissement inclinées à environ 35° par rapport à DL (Figure III. 7).

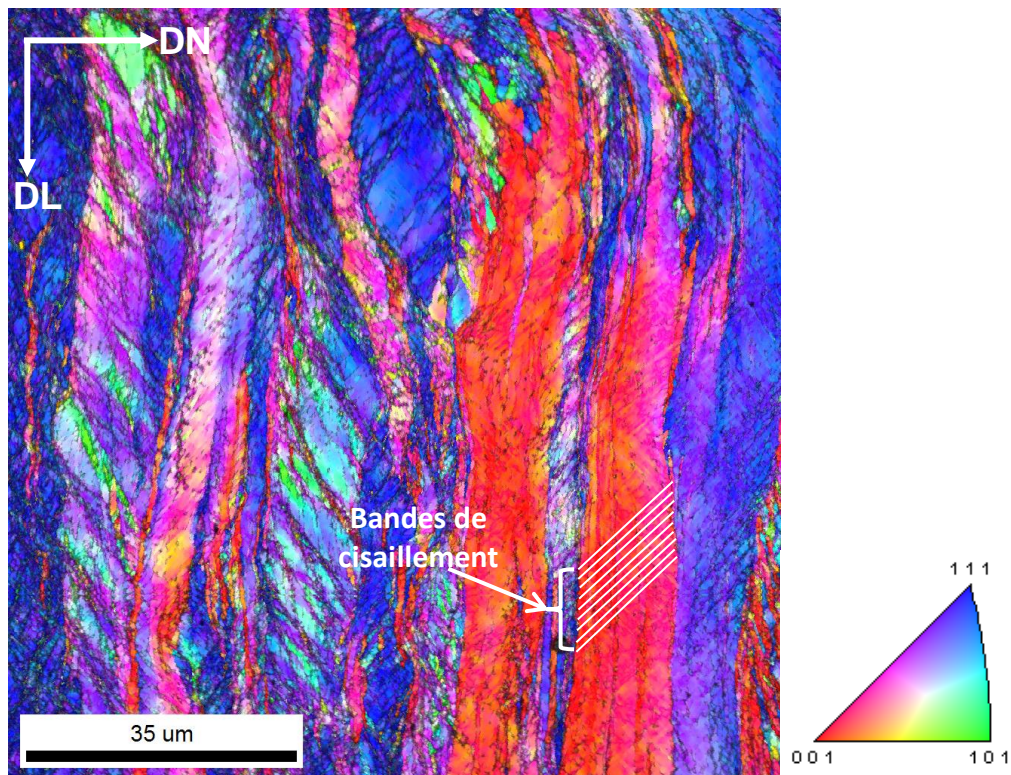


Figure III. 7 : Microstructure de l'AFK502 laminé à froid.
Distribution des IQ et des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

La désorientation entre les bandes de glissement adjacentes est inférieure à 5° (Figure III.8). La distance entre deux bandes ne dépasse pas $1\mu\text{m}$.

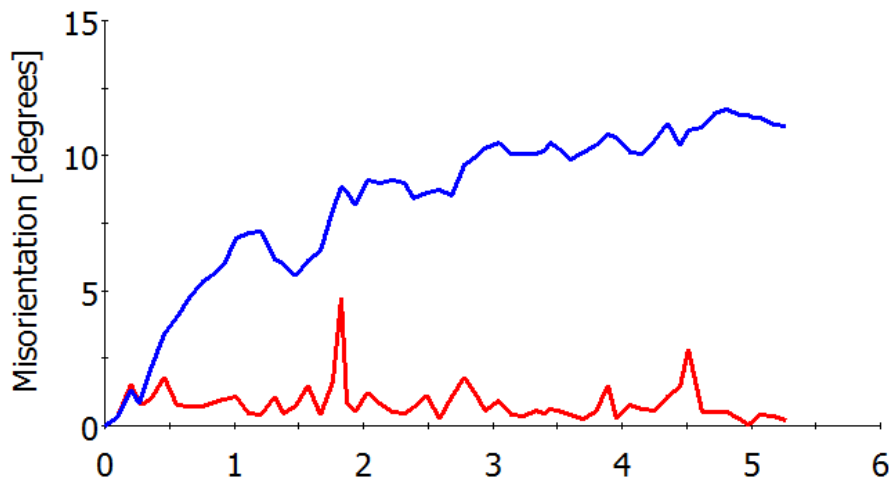


Figure III. 8 : Profils de désorientations entre bandes de glissement (rouge : de point à point, bleu : par rapport à l'origine). Profils tracés perpendiculairement aux bandes de glissement.

La distribution de l'angle de désorientation entre deux points de mesure adjacents montre qu'il y a une forte proportion de joints de grains faiblement désorientés (Figure III.9). Cette faible désorientation correspond à la sous-structure de déformation et notamment aux interfaces entre bandes de glissement. La faible fraction de joints fortement désorientés correspond aux joints séparant les grains déformés allongés dans la direction DL.

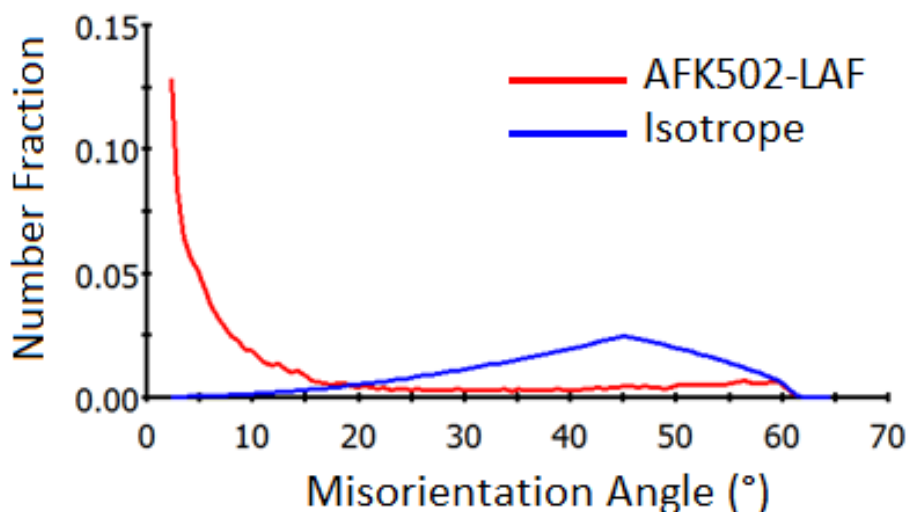


Figure III.9 : Distribution des angles de désorientation dans la tôle d'AFK502 laminée à froid. Comparaison avec la distribution dans un matériau isotrope.

La texture de l'AFK502 laminé à froid, présente une distribution homogène dans l'épaisseur de la tôle. En effet, on ne retrouve pas l'hétérogénéité de la distribution de la texture observée dans la tôle laminée à chaud.

La coupe à $\varphi_2=45^\circ$ de l'espace d'Euler est montrée sur la figure III.10 et est comparée à celle obtenue pour l'état laminé à chaud.

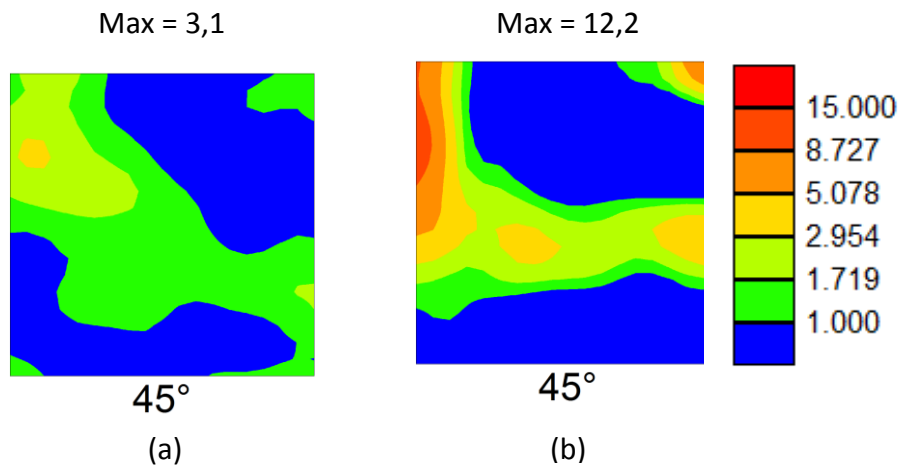


Figure III.10 : Coupes à $\varphi_2=45^\circ$. (a) Tôle laminée à chaud et (b) tôle laminée à froid.

Après laminage à froid, la texture présente une fibre α $\{hkl\}\langle 110\rangle$ plus marquée, avec un renforcement autour des composantes $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$. Cette texture a déjà été observée pour des aciers fortement déformés, comme l'acier IF [Sam05] (Figure I.8).

III.1.1.2.3 Etats recuits

III.1.1.2.3.a Evolution de la microstructure

La figure III.11 montre l'évolution de la microstructure en fonction des traitements thermiques (recuit au défilé comparé au recuit statique). Pour les deux traitements thermiques, on distingue trois états principaux de la microstructure qui apparaissent pour des températures et des temps (t) de maintien différents selon le traitement thermique (Tableau III.1) : l'état restauré, l'état partiellement recristallisé et l'état complètement recristallisé. Ils varient de par la fraction recristallisée (F_{rex}), la taille des sous-grains de restauration et de la taille grains.

Tableau III.1 : Temps (t) de maintien au recuit pour les différents états de la microstructure.

| | Recuit statique à 710°C | Recuit au défilé à 840°C |
|----------------------------------|-------------------------|--------------------------|
| Etat restauré | - | 15s |
| Etat partiellement recristallisé | 2mn et 30mn | 20s |
| Etat complètement recristallisé | 4h et 8h | 30s et 60s |

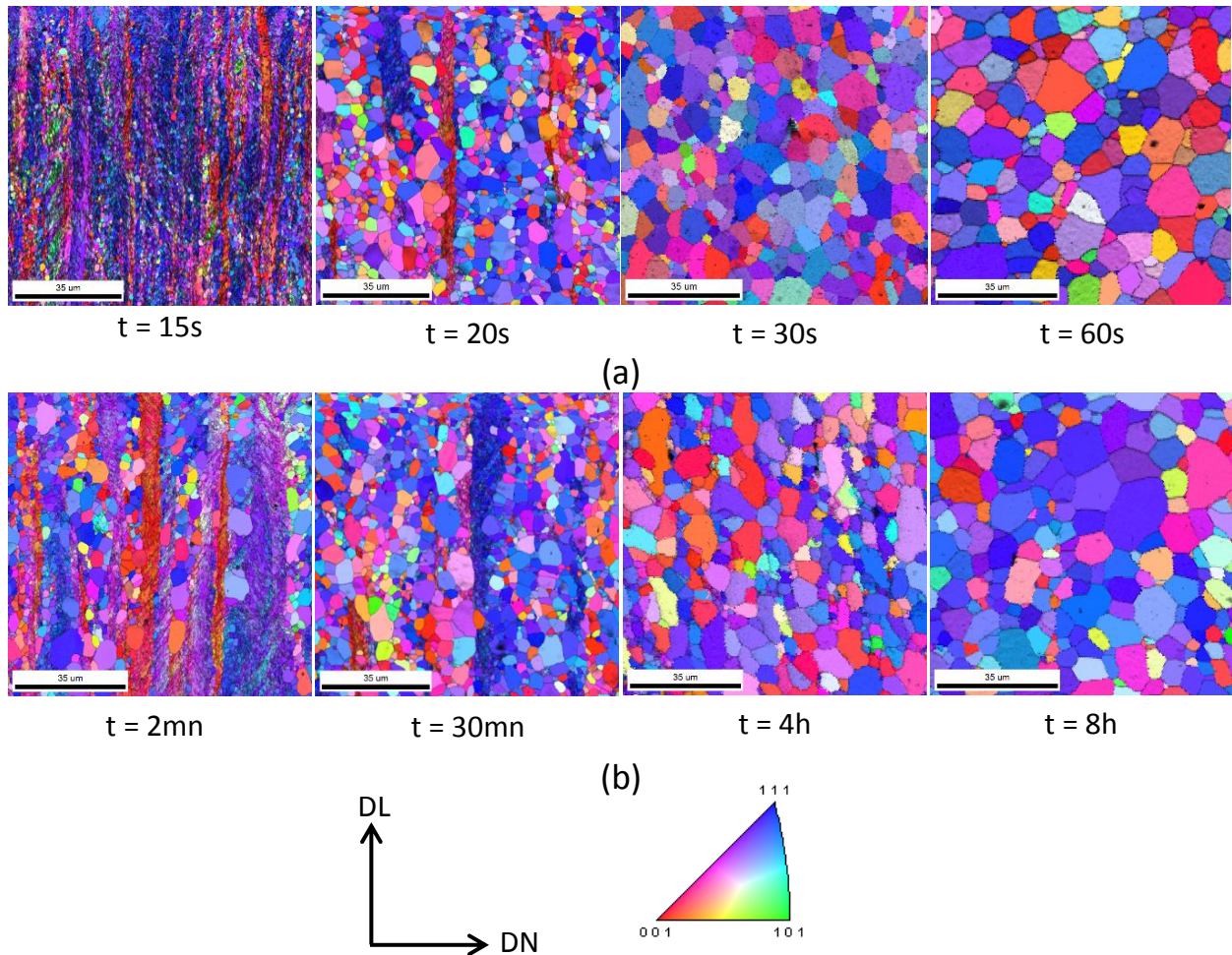


Figure III.11 : Evolution de la microstructure de la tôle d'AFK502 en fonction du temps de maintien pour (a) le recuit au défilé à 840°C et (b) le recuit statique à 710°C.

Distribution des IQ et des plans $\{hkl\}$.

Les trois états de la microstructure ont été étudiés en détails et sont décrits ci-après.

1- Etat restauré (très faiblement recristallisé)

On distingue deux types de grains, des grains déformés constitués de bandes de glissement faiblement désorientées entre elles et espacées de $1\mu m$ et des grains restaurés qui sont formés de sous-grains équiaxes faiblement désorientés. Les sous-grains restaurés ont une taille moyenne d'environ $1,25\mu m$.

On observe également l'apparition d'une petite fraction ($\sim 5\%$) de grains recristallisés. Ces grains sont fortement désorientés (HAGB) avec la matrice déformée avoisinante et ont une taille d'environ $1,5\mu m$ (Figure III.12).

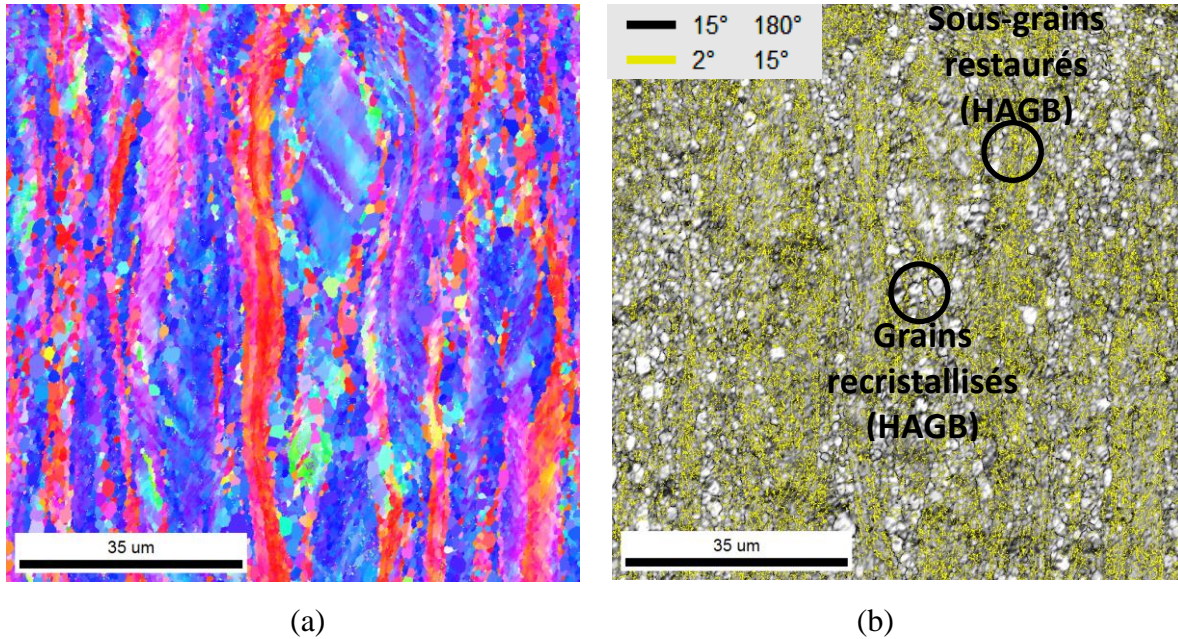


Figure III.12 : Microstructure d'un échantillon d'AFK502 (Frex = 5%) restauré. Recuit au défilé à $t = 15s$ et à $T = 840^{\circ}C$. (a) Distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$ et (b) distribution des IQ et des joints LAGB ($\theta \leq 15^{\circ}$) et HAGB ($\theta \geq 15^{\circ}$).

2- Etat partiellement recristallisé

La microstructure de l'état partiellement recristallisé est composée de grains allongés restaurés formés de sous grains faiblement désorientés et de grains recristallisés qui sont fortement désorientés entre eux (Figure III.13).

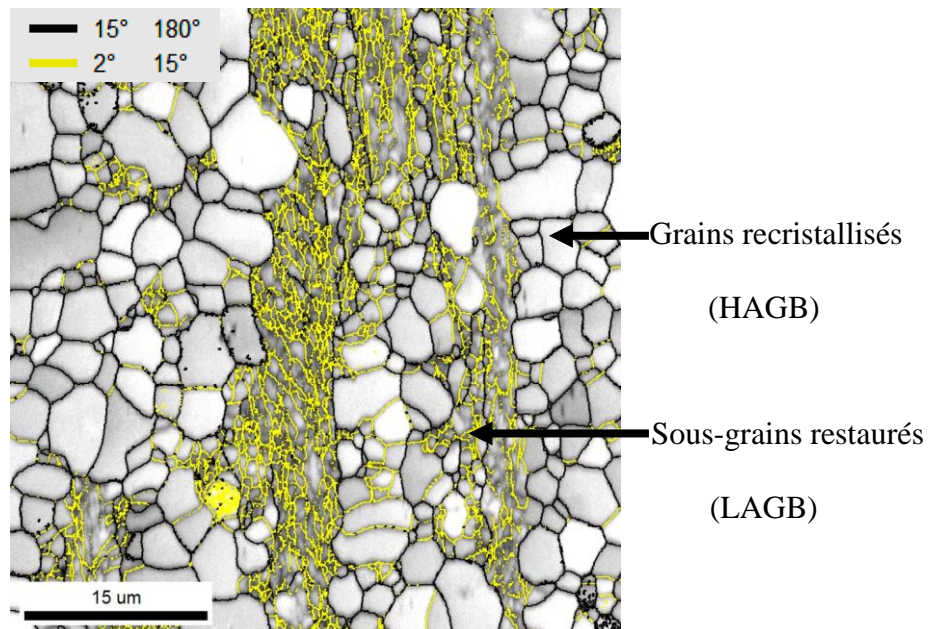


Figure III.13 : Microstructure d'un échantillon d'AFK502 (Frex = 88%) partiellement recristallisé. Recuit au défilé à $t = 20s$ et à $T = 840^{\circ}C$. Distribution des IQ et des joints LAGB ($\theta \leq 15^{\circ}$) et HAGB ($\theta \geq 15^{\circ}$).

3- Etat complètement recristallisé

La figure III.14 montre deux microstructures complètement recristallisées. La microstructure est composée de grains fortement désorientés (HAGB) (Figure III.14 (a)). On observe également une petite fraction de grains recristallisés faiblement désorientés (LAGB), qui correspond aux grains recristallisés d'orientations proches.

Quand l'alliage subit un recuit plus long (Figure III.14 (b)), on observe un grossissement de grains. La microstructure passe de 8 μ m à 10 μ m en diminuant le temps (t) de maintien de respectivement 30 et 60s.

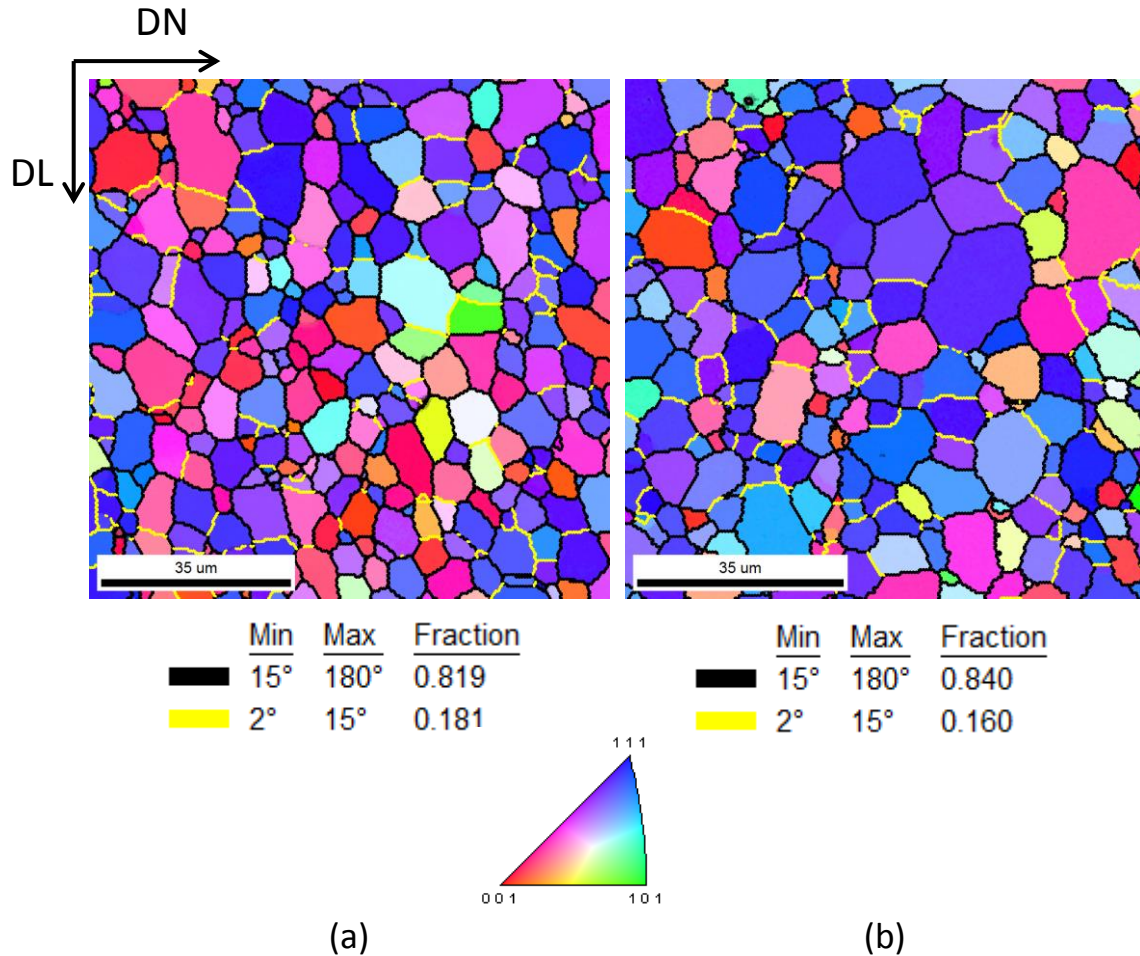


Figure III.14 : Microstructures de deux échantillons d'AFK502 complètement recristallisés. Recuit à T = 840°C à des temps de maintiens de (a) t = 30s et (b) t = 60s. Distribution des plans {hkl} (DL, DT) et des joints LAGB ($\theta \leq 15^\circ$) et HAGB ($\theta \geq 15^\circ$).

III.1.1.2.3.b Evolution de la texture

1- Evolution de la texture globale en fonction des traitements thermiques

Selon l'intensité des composantes de la fibre α et de la fibre γ , on distingue quatre types de texture (Figure III.15) :

- Texture de l'état écroui (état de référence) (Figure III.15 (a)) : cet état est caractérisé par un renforcement de la fibre α .

- Texture de l'état restauré (Figure III.15 (b)) : la texture est caractérisée par un renforcement des composantes $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ de la fibre α , avec un début de renforcement des composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ de la fibre γ .
- Texture de l'état partiellement recristallisé (Figure III.15 (c)) : elle est caractérisée par une intensification de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ et une diminution de l'intensité des composantes $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ de la fibre α .
- Texture de l'état complètement recristallisé (Figure III.15 (d)) : la texture continue de se renforcer autour de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. En parallèle, les composantes de la fibre α disparaissent.

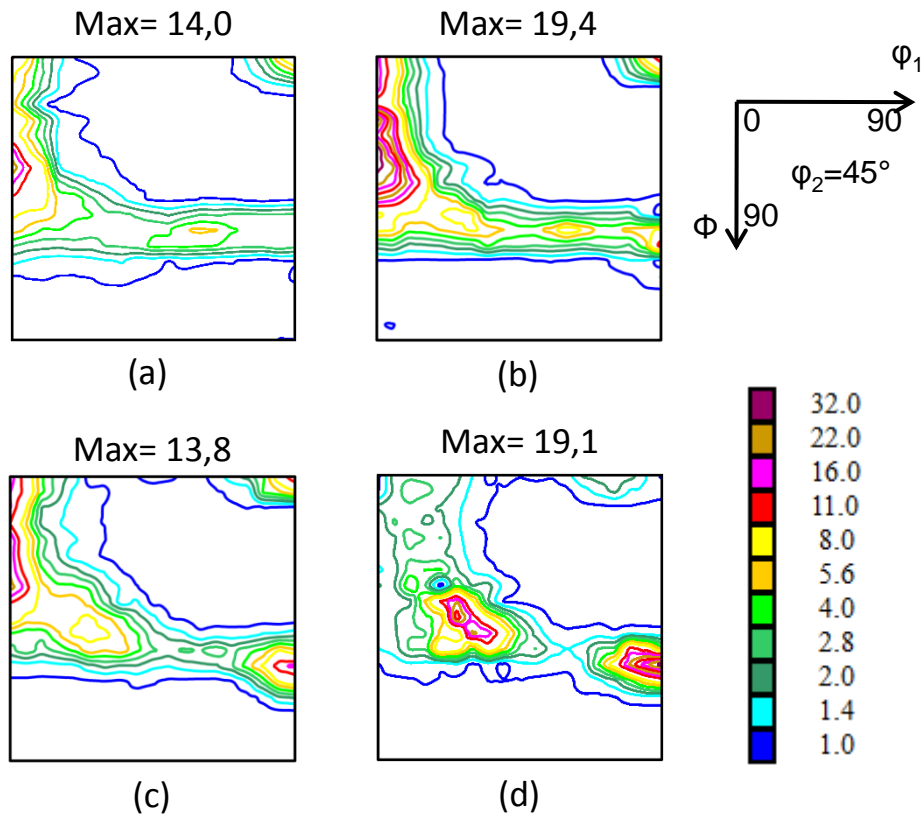


Figure III.15 : Coupes de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$. (a) AFK502 écroui, (b) état restauré ($T = 840^\circ\text{C}$ et $t = 15\text{s}$), (c) état partiellement recristallisé ($T = 840^\circ\text{C}$ et $t = 20\text{s}$) et (d) état complètement recristallisé ($T = 840^\circ\text{C}$ et $t = 60\text{s}$). Diffraction des rayons X.

Donc, au cours de la recristallisation, la texture est caractérisée par un développement de la fibre γ avec un renforcement autour de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ au détriment de la fibre α .

2- Evolution des textures locales en fonction des traitements thermiques

La figure III.16 présente l'évolution des textures locales calculées à partir des cartographies EBSD au cours de la recristallisation de trois échantillons partiellement recristallisés. L'EBSD présente l'avantage de permettre le calcul de la texture des différentes zones de la microstructure séparément. Les textures des trois échantillons sont présentées dans l'ordre des fractions recristallisées (F_{rec}) croissantes : 5%, 35% et 88%.

Les zones restaurées (Figure III.16 (a)) sont caractérisées par une fraction élevée des composantes de la fibre α . En revanche, les zones recristallisées (Figure III.16 (b)) présentent une fraction élevée de la composante $\{111\} \langle 112 \rangle$ de la fibre γ qui se renforce au cours de la recristallisation.

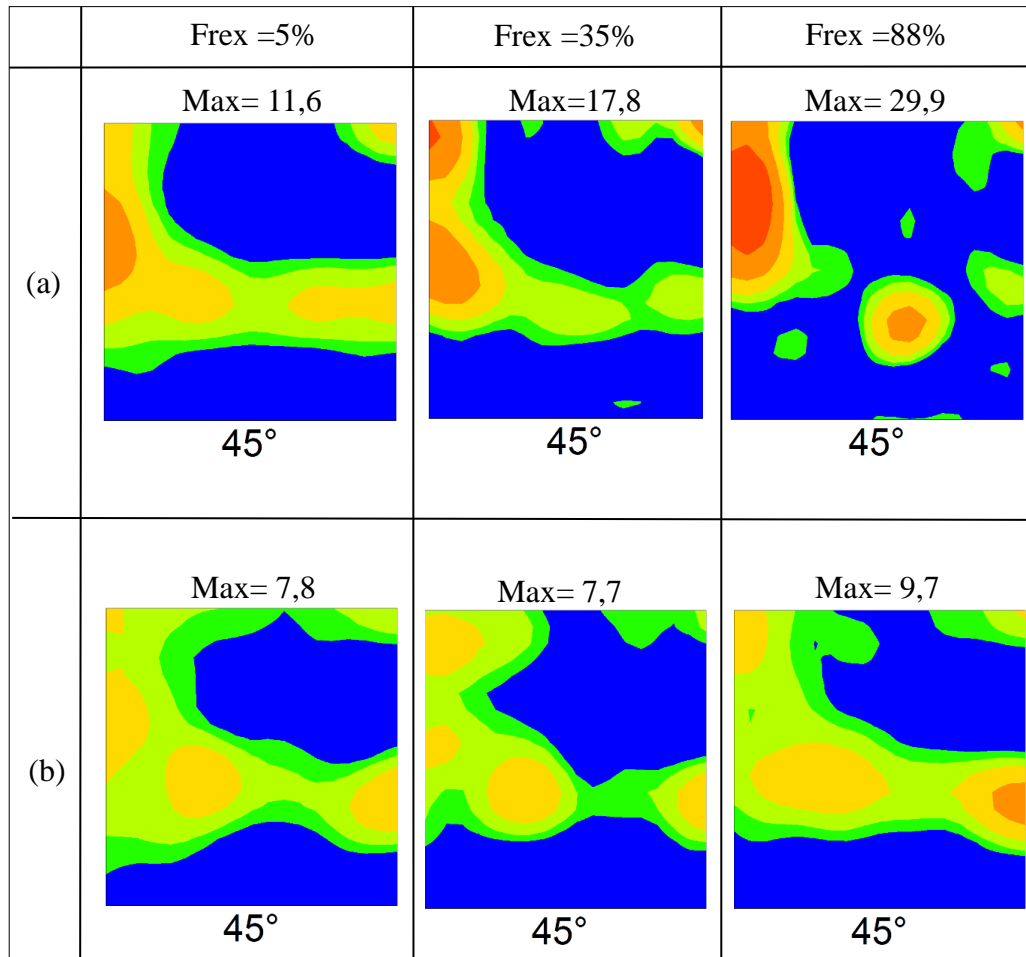


Figure III.16 : Evolution de la texture locale en fonction de la fraction recristallisée dans les zones (a) restaurées et (b) recristallisées. Coupes de l'espace d'Euler à $\varphi_2=45^\circ$.

Remarque : Une étude de l'effet de la vitesse de montée en température sur l'évolution de la recristallisation a également été réalisée. Elle a montré que ce paramètre n'a pas d'influence sur les évolutions de la microstructure et de la texture de l'AFK502.

III.1.1.2.4 Evolution de la distance entre interfaces en fonction du temps de maintien

L'évolution de la microstructure en fonction des traitements thermiques montre une variation de plusieurs paramètres microstructuraux qui augmentent dans le même sens (Figure III.17). Ces paramètres microstructuraux sont : la taille des sous-grains de restauration qui sont faiblement désorientés ($\theta \leq 15^\circ$), la taille des grains recristallisés qui sont fortement désorientés ($\theta \geq 15^\circ$) ainsi que la fraction recristallisée.

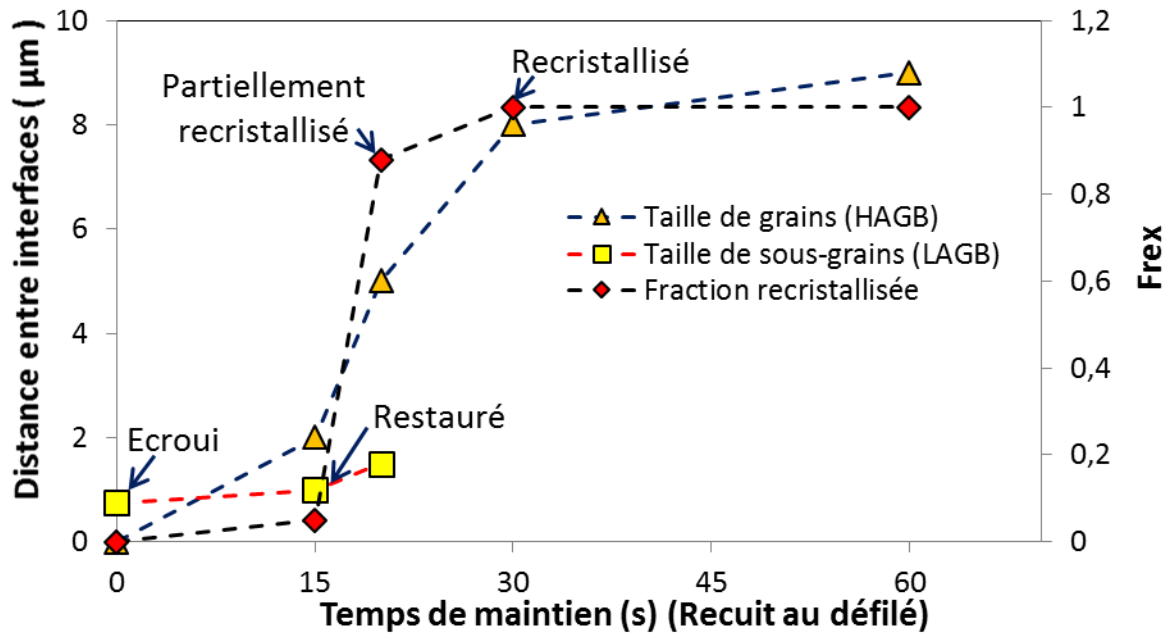


Figure III.17 : Evolution de la taille des grains recristallisés, de la taille des sous-grains et de la fraction recristallisée en fonction du temps de maintien au cours d'un recuit au défilé.

Au cours de la recristallisation, on observe bien sûr une augmentation de la fraction recristallisée qui se caractérise par une diminution de la désorientation intra-granulaire moyenne (Figure III.18).

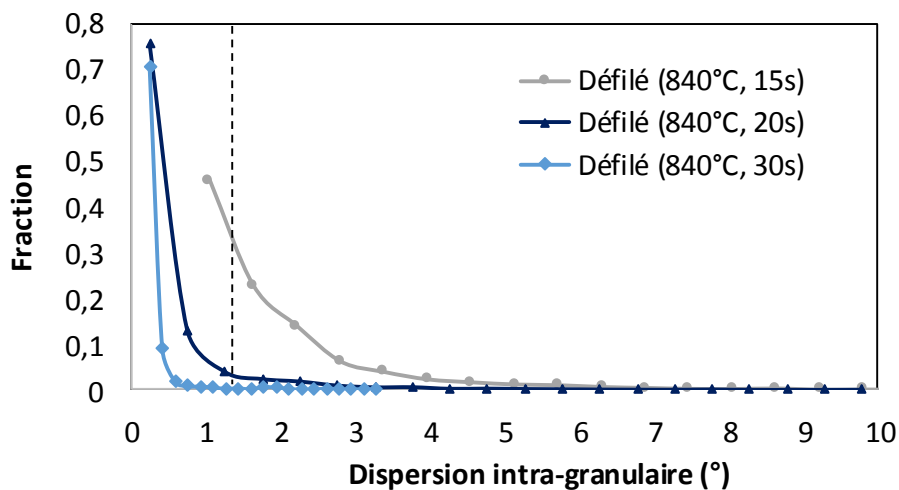


Figure III.18 : Evolution de la dispersion intra-granulaire (GOS) après différents recuits au défilé de l'AFK502.

Cette désorientation intra-granulaire a été mesurée à l'aide de l'indicateur GOS (GOS : Grain Oriented Spread) [Jin13]. Le paramètre GOS permet de calculer la désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain. Quand cette désorientation est inférieure à 1°, le grain est considéré comme étant complètement recristallisé [Jin13]. Rappelons qu'avec le logiciel OIM, des points voisins appartiennent à un même grain s'ils ont entre eux une désorientation

inférieure à un seuil qui est fixé ici à 5° . De plus, un grain est défini par un minimum de deux pixels.

Pour une microstructure partiellement recristallisée (cas de la microstructure de la figure III.19), le GOS correspondra, dans les zones déformées ou restaurées, à la désorientation moyenne des cellules de déformation ou des sous-grains et dans les zones recristallisées, à la désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain recristallisé (Figure III.20).

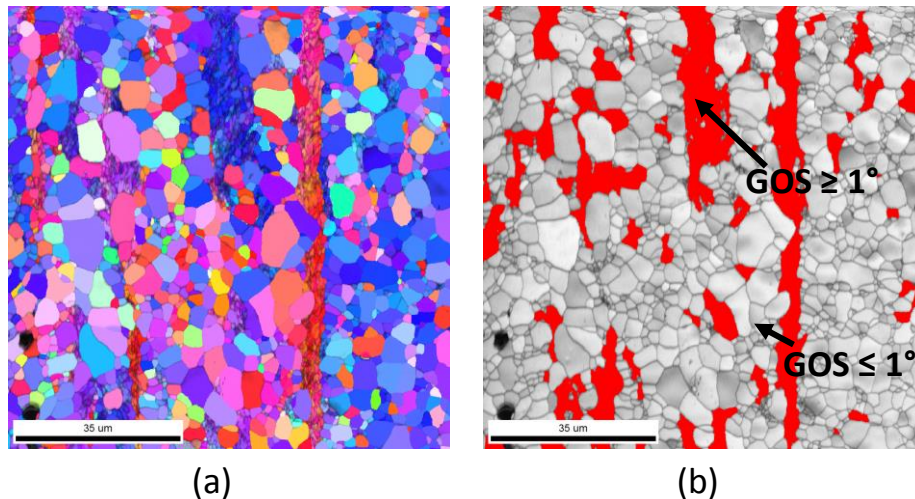


Figure III.19 : (a) Distribution des IQ + distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$, (b) unique color (chaque couleur définit un grain) et distribution des joints HAGB ($\theta \geq 15^\circ$).
Echantillon ayant subi un recuit au défilé à 840°C pendant 20s.

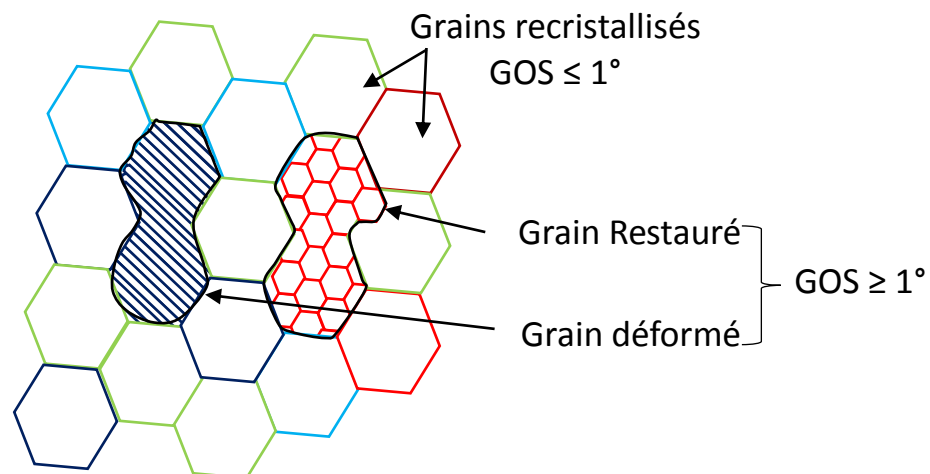


Figure III.20 : Schéma expliquant le concept de « grain » pour le calcul du paramètre GOS, utilisé pour mesurer la fraction recristallisée de l'AFK502.

L'augmentation de la fraction recristallisée s'accompagne d'une augmentation de la taille des grains recristallisés et de la taille des sous-grains restaurés (légère augmentation) jusqu'à leur disparition après complète recristallisation au profit des grains recristallisés.

Au cours de la recristallisation, le système tend à minimiser son énergie et cela se produit par migration de joints de grains fortement désorientés. Cela entraîne une augmentation de la taille de grains et de la fraction recristallisée. Donc, une corrélation entre la microstructure et les propriétés magnétiques et mécaniques nécessite une dissociation des effets de ces

paramètres. Or, l'évolution de ces paramètres microstructuraux qui augmentent dans le même sens rend la dissociation de leur effet difficile. Cela nous a conduits à définir un paramètre global qui prend en compte la taille des sous-grains, la taille des grains recristallisés et la fraction recristallisée. Ce paramètre est appelé « distance entre interfaces », C'est-à-dire que, quelle que soit la microstructure, ce paramètre définit la taille moyenne entre toutes les interfaces (cellules de déformation, sous-joints de grains ou joints de grains recristallisés) qui peuvent contribuer au blocage du mouvement des dislocations, au cours de la recristallisation. L'évolution de la distance entre interfaces en fonction du temps de maintien (recuit au défilé), c'est-à-dire en fonction de différents états de la microstructure est montrée sur la figure III.21.

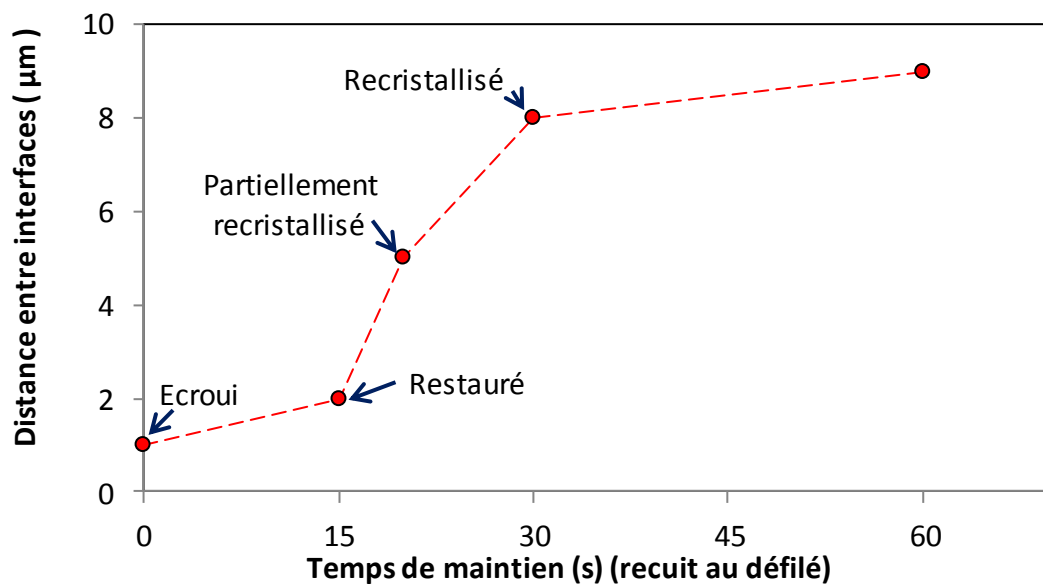


Figure III.21 : Evolution de la distance entre interfaces en fonction du temps de maintien (recuit au défilé).

A l'état déformé, la distance entre interfaces correspond à la taille des cellules de déformation, qui sont faiblement désorientées. Quand l'alliage est restauré, la taille de la microstructure est caractérisée par la taille des sous-grains de restauration, qui sont faiblement désorientés. Ensuite, quand l'alliage est partiellement recristallisé, la distance entre interfaces correspond à la moyenne pondérée entre la taille moyenne des sous-grains restaurés dans les zones restaurées (LAGB) et la taille moyenne des grains recristallisés dans les zones recristallisés (HAGB). Finalement, après recristallisation, la microstructure est caractérisée par le diamètre moyen des grains recristallisés fortement désorientés.

Résumé

Au cours de la recristallisation, la microstructure et la texture sont caractérisées par :

- *Etat déformé : des grains composés de bandes de glissement (~1μm) faiblement désorientées, avec une texture renforcée autour des composantes de la fibre α.*
- *Etat restauré : des sous-grains restaurés (1,5μm) faiblement désorientés (< 15°) et une texture de fibre α.*

- *Etat partiellement recristallisé : des zones restaurées formées de sous-grains (1,5µm) faiblement désorientés, caractérisées par une texture de déformation et des grains recristallisés (6µm) fortement désorientés présentant une texture renforcée autour de la composantes {111}<112>.*

- *Etat complètement recristallisé : des grains recristallisés (8µm) fortement désorientés, avec une texture renforcée autour de la composante {111}<112>.*

La vitesse de montée en température n'influe pas sur les évolutions de la microstructure et de la texture.

III.1.1.3 Relation entre la microstructure et les propriétés magnétiques et mécaniques

III.1.1.3.1 Evolution du champ coercitif en fonction de la distance entre interfaces

Quel que soit le traitement thermique, les pertes magnétiques sont linéairement dépendantes du champ coercitif (Hc). La figure III.22 montre cette dépendance pour un recuit au défilé d'AFK502 (Equation III.1).

$$\text{Pertes} = 36 + 0,23 \times Hc \tag{III.1}$$

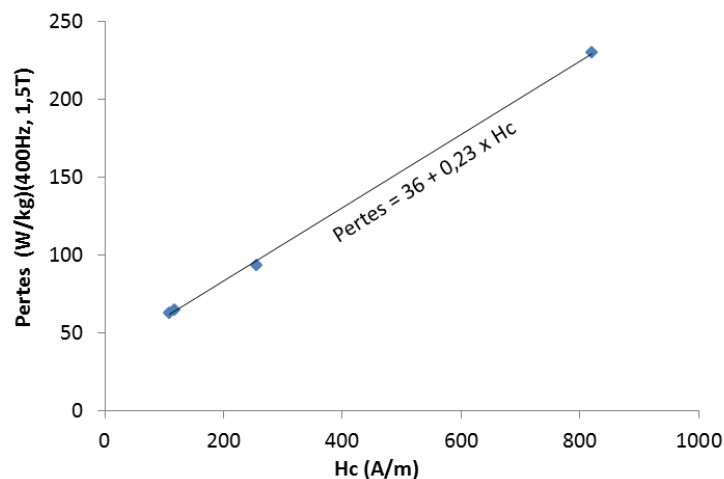


Figure III.22 : Evolution des pertes magnétiques en fonction du champ coercitif, pour un recuit au défilé.

La figure III.23 montre l'évolution du champ coercitif en fonction de la distance entre interfaces pour les deux traitements thermiques statique et au défilé. Cette évolution est comparée à celle trouvée par Sourmail [Sou04] pour des microstructures complètement recristallisées. Quel que soit le traitement thermique, le champ coercitif varie linéairement en fonction de l'inverse de la distance entre interfaces selon l'équation suivante :

$$Hc = 36 + 777 \times d_s^{-1} \tag{III.2}$$

Où, d_s est la distance entre interfaces.

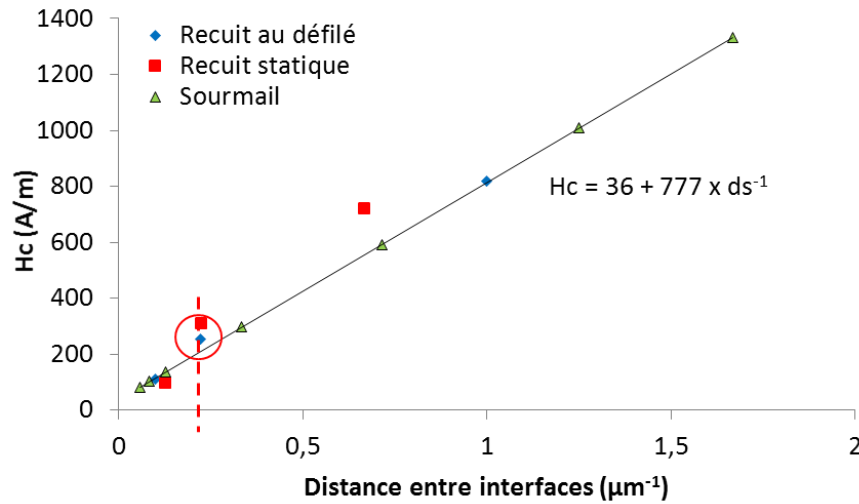


Figure III.23: Evolution du champ coercitif en fonction de la distance entre interfaces (recuits au défilé et statique), comparée à celle de Sourmail [Sou04] pour des microstructures complètement recristallisées.

Résumé

Quel que soit l'état de recristallisation de la microstructure et le taux de mise en ordre de l'alliage Fe-49%Co-2%V, le champ coercitif varie linéairement en fonction de la distance entre interfaces.

III.1.1.3.2 Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la distance entre interfaces

Les évolutions de la limite d'élasticité en fonction de la distance entre interfaces des recuits statique et au défilé sont montrées sur la figure III.24. Ces évolutions sont comparées à des résultats de la littérature sur des microstructures recristallisées du même alliage Fe-49%Co-2%V (Ren et al. [Ren01] et Sourmail [Sou04]).

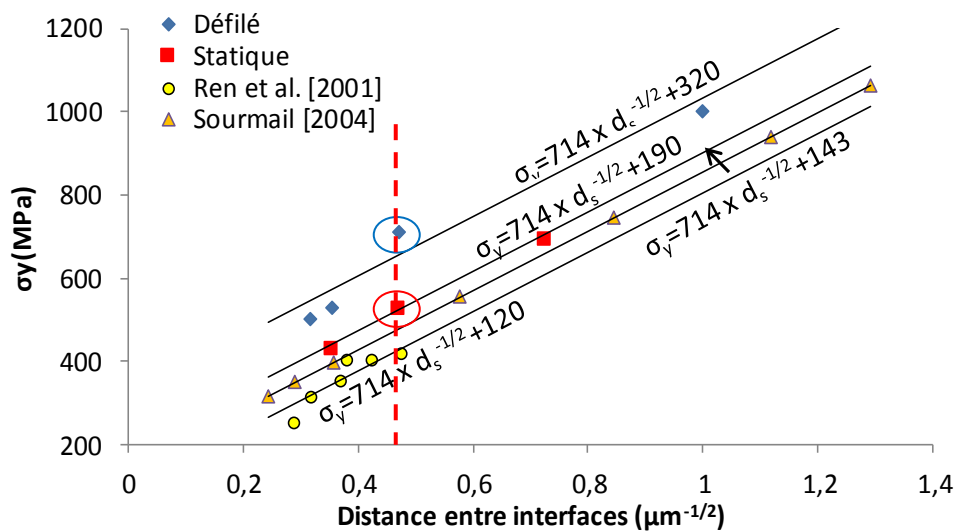


Figure III.24 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la distance entre interfaces (recuits au défilé et statique), comparée à celles de Ren et al. [Ren01] et de Sourmail [Sou04], pour des microstructures complètement recristallisées.

On observe que, quel que soit l'état de la microstructure, ces évolutions sont linéaires et la limite d'élasticité suit une loi de type Hall et Petch (H-P) où la taille des grains est remplacée par la distance entre interfaces. Ces évolutions sont en accord avec les résultats de Sourmail [Sou04] et de Ren et al. [Ren01] pour des microstructures complètement recristallisées. On trouve que, quel que soit le traitement thermique, la pente k , constante de la loi de Hall et Petch, est stable et égale à 714. Au contraire, la contrainte de friction varie de 190MPa pour le recuit statique (Equation III.3) à 320MPa pour le recuit au défilé (Equation III.4). Les équations III.5 et III.6 correspondent aux évolutions des valeurs de limites d'élasticité en fonction de la taille de grains recristallisés obtenues respectivement par Sourmail [Sou04] et Ren et al. [Ren01].

$$\sigma_y = 190 + 714 \times d_s^{-1/2} \quad (\text{III.3})$$

$$\sigma_y = 320 + 714 \times d_s^{-1/2} \quad (\text{III.4})$$

$$\sigma_y = 143 + 714 \times d^{-1/2} \quad (\text{III.5})$$

$$\sigma_y = 120 + 714 \times d^{-1/2} \quad (\text{III.6})$$

σ_y est la limite d'élasticité, σ_0 est la contrainte de friction, d_s est la distance entre interfaces et d est la taille de grains pour des microstructures recristallisées.

La loi de Hall et Petch s'applique aussi bien pour des microstructures partiellement recristallisées [Li03] que pour des microstructures recristallisées. Elle décrit la variation de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains recristallisés. Les joints de grains bloquent le mouvement des dislocations ce qui implique leur accumulation autour des joints et donc une forte concentration de contraintes autour des joints. De fait, la déformation plastique est plus difficile et donc la limite d'élasticité augmente. Le présent travail montre que la loi de H-P peut être étendue aux microstructures partiellement recristallisées et atteste de la contribution des sous-joints au blocage du mouvement des dislocations.

La constante k de la loi de Hall-Petch est stable quel que soit le traitement thermique appliqué. Mais, les valeurs de contrainte de friction sont différentes. Si on compare le recuit au défilé au recuit statique, cette différence peut être due à la taille des cristallites (grains recristallisés et/ou sous-grains de restauration), à la texture ou au taux de mise en ordre, sachant que celui-ci dépend de la vitesse de refroidissement (respectivement 3000°C/h et 150°C/h pour les recuits au défilé et statique). C'est pourquoi tous ces paramètres vont être étudiés.

Résumé

Les pertes magnétiques, qui sont linéairement dépendantes du champ coercitif, varient seulement en fonction de la distance entre interfaces. Cela est en accord avec les résultats de la littérature pour des microstructures complètement recristallisées. De plus, la limite d'élasticité dépend de la distance entre interfaces en suivant une loi de Hall-Petch dans laquelle la contrainte de friction dépend de l'état microstructural qui sera étudié dans la suite du travail.

III.1.1.3.3 Variation de la constante de friction σ_0

Afin de déterminer le paramètre responsable de l'évolution de la contrainte de friction en fonction des traitements thermiques, deux échantillons ayant les mêmes valeurs de distance moyenne entre interfaces (et la même fraction recristallisée de 88%), des pertes magnétiques identiques mais des valeurs de contraintes de friction différentes (respectivement 320MPa et 190MPa pour les recuits au défilé et statique) ont été étudiés (Figure III.25). Ces deux échantillons correspondent aux deux points entourés sur les figures III.23 et III.24.

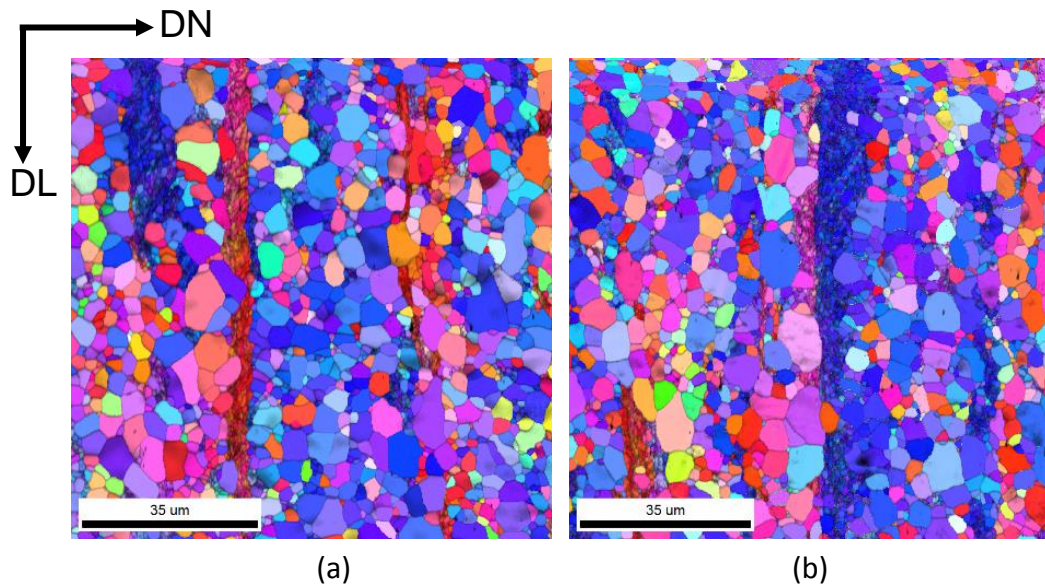


Figure III.25 : Comparaison des microstructures des deux échantillons ayant la même fraction recristallisée (88%) et la même distance entre interfaces. (a) Recuit au défilé et (b) recuit statique.

III.1.1.3.3.a Effet de la taille des cristallites

Ces deux échantillons présentent des microstructures similaires (Figures III.26 (a) et (b)), i-e, des zones restaurées de même taille de sous-grains ainsi que des zones recristallisées similaires en termes de taille de grains (Tableau III.2).

Tableau III.2 : Comparaison de la taille des cristallites des deux échantillons ayant la même fraction recristallisée (88%).

| | Microstructures complètes | Zones recristallisées | Zones restaurées |
|--|---------------------------|-----------------------|------------------|
| Recuit au défilé (T = 840°C, t = 20s) | ~ 4,5µm | ~ 6µm | ~ 1,5µm |
| Recuit statique (T = 710 °C, t = 30 mn) | ~ 4,5µm | ~ 6µm | ~ 1,5µm |

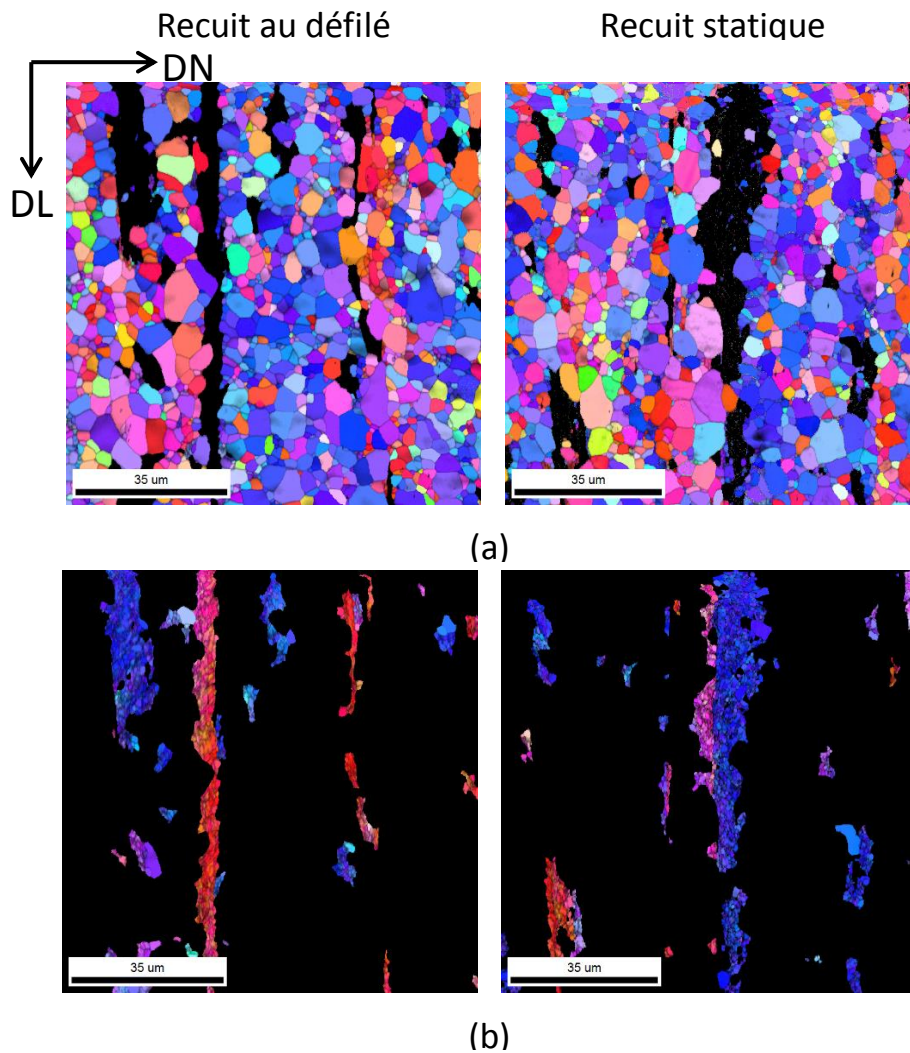


Figure III.26 : Partions des (a) zones recristallisées et (b) zones restaurées des deux alliages présentant la même distance entre interfaces.
Distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

Comme les valeurs des paramètres microstructuraux sont semblables, il s'avère donc que ce n'est pas la microstructure qui est responsable de cette différence de valeurs de contraintes de friction. C'est pourquoi les textures des deux échantillons ont été comparées.

III.1.1.3.3.b Effet de la texture

Les figures III.27 et III.1.28 montrent que les textures des deux échantillons sont similaires. La texture globale est composée d'une fibre α qui résiste à la recristallisation et d'une fibre γ (Figure III.27).

La texture locale est composée d'une fibre α dans les zones restaurées (déformées), et d'une fibre γ dans les zones recristallisées (Figure III.28).

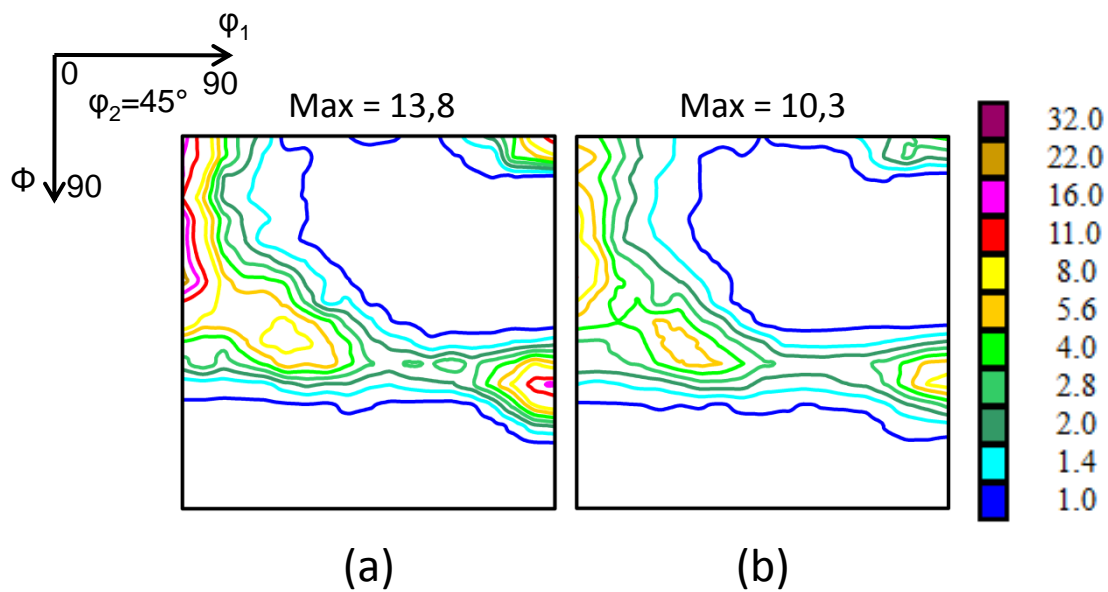


Figure III.27 : Coupes de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$ des deux recuits (a) au défilé ($T=840^\circ\text{C}$, $t=20\text{s}$) et (b) statique ($T=710^\circ\text{C}$, $t=30\text{mn}$).

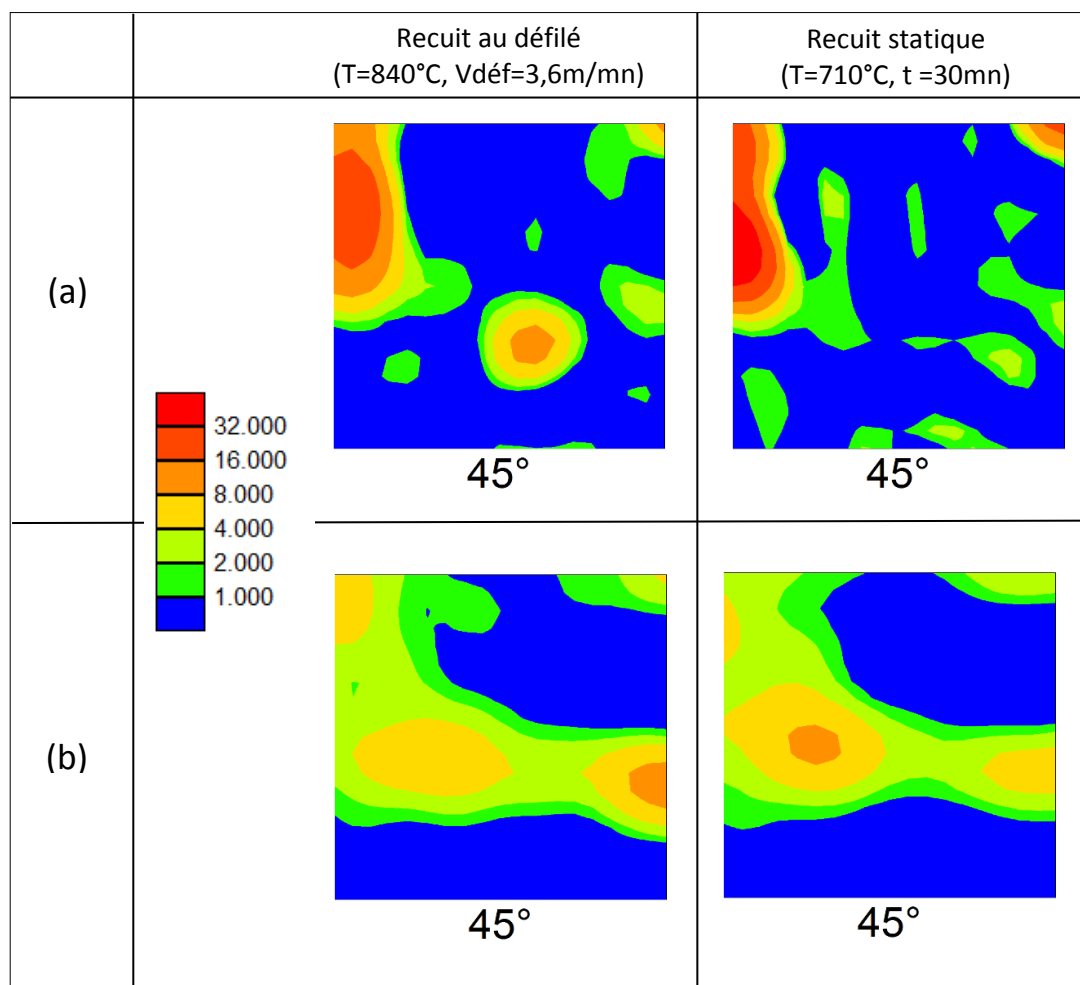


Figure III.28 : Coupes de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$ des deux recuits. (a) Zones restaurées et (b) zones recristallisées.

Après avoir constaté que la microstructure et la texture des deux échantillons étaient identiques, le taux d'ordre a été caractérisé, c'est-à-dire, la fraction de la phase ordonnée (B2 CC) dans l'alliage. Rappelons que ce taux d'ordre est directement lié à la vitesse de refroidissement à la fin du recuit.

III.1.1.3.3.c Effet du taux d'ordre

Afin de comparer nos échantillons à un état ordonné, un traitement thermique à 850°C pendant 5h suivi d'un refroidissement lent de 30°C/h a été réalisé. La microstructure est complètement recristallisée et présente une taille de 20µm. La figure III.29 (a) montre les pics d'intensité (diffraction des neutrons) des trois échantillons étudiés. Le pic de la sous-structure ordonnée (B2 CC) (100) est très faible par rapport au pic de la matrice (CC) (110). Afin de pouvoir comparer les pics des sous-structures ordonnées des trois échantillons, un zoom a été fait sur le pic (100) comme le montre la Figure III.1.29 (b).

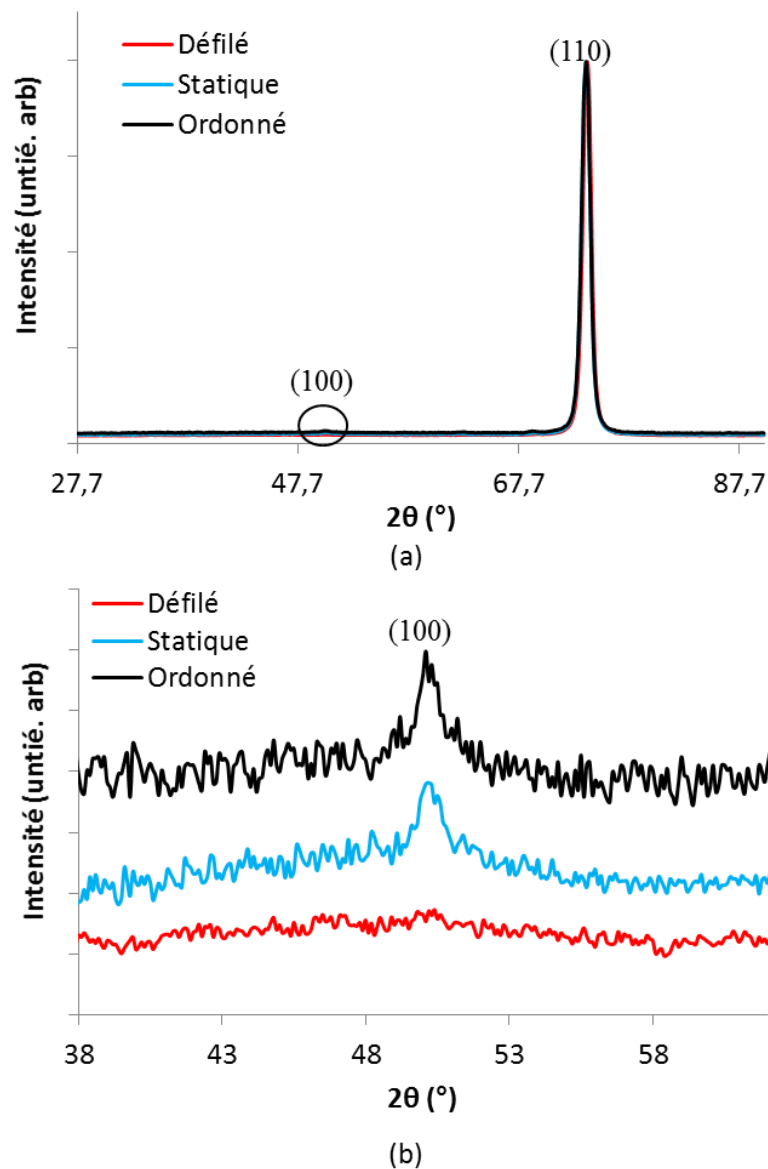


Figure III.29 : Pics de diffraction de neutrons des trois échantillons. (a) Pics (100) et (110) et (b) zoom sur les pics de sous-structure (100).

L'échantillon recuit au défilé présente le pic de sous-structure ordonnée le plus faible, tandis que l'échantillon supposé ordonné présente le pic de sous-structure (100) le plus élevé. L'intensité de ce pic varie en fonction du traitement thermique et par conséquent de la vitesse de refroidissement. Ceci confirme bien que le taux d'ordre varie en fonction de la vitesse de refroidissement. Or, comme c'est le seul paramètre qui évolue entre les deux microstructures, on peut penser que la contrainte de friction σ_0 en dépend. Une diminution du taux d'ordre implique une augmentation de la contrainte de friction.

Pour aller plus loin dans l'analyse, une étude des paramètres d'ordre à longue distance (LRO) et à courte distance (SRO) sur la contrainte de friction a été menée. Le tableau III.3 montre une comparaison des valeurs obtenues pour les trois échantillons étudiés.

Tableau III.3 : Taux d'ordre des trois échantillons, calculés à partir des profils de diffraction des neutrons de la figure III.29.

| | Recuit statique | Recuit au défilé | Echantillon ordonné |
|-----------------------------------|-----------------|------------------|---------------------|
| Vitesse de refroidissement (°C/h) | 150 | 3000 | 30 |
| SRO (%) | 14 | 14 | 14 |
| LRO (%) | 10 | 3 | 13 |
| Taux d'ordre (%) | 24 | 17 | 27 |

L'échantillon ordonné présente les taux d'ordre (total et de LRO) les plus importants. On remarque que les valeurs de SRO sont les mêmes pour les trois échantillons. En revanche, les valeurs de LRO diminuent lorsque la vitesse de refroidissement augmente. Donc, le taux de LRO est le paramètre principal qui influe sur la contrainte de friction. Cet effet sera discuté plus loin.

Résumé

En plus de l'impact important de la distance entre interfaces sur la limite d'élasticité, cette dernière dépend aussi de l'ordre à grande distance dans le Fe-49%Co-2%V. En effet, la contrainte de friction augmente quand le taux d'ordre à grande distance diminue.

Une relation entre la contrainte de friction et le degré d'ordre à grande distance reste à établir.

III.1.1.3.3.d Evolution de la contrainte de friction en fonction de LRO

Afin d'étudier l'effet de l'ordre à grande distance sur la contrainte de friction, les valeurs de contrainte de friction en fonction des valeurs de LRO, obtenues par diffraction des neutrons, ont été comparées à des valeurs de la littérature [Ren01]. Ces auteurs ont étudié l'effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité du même alliage Fe-49%Co-2%V, pour des microstructures complètement recristallisées avec une taille de grains de 7 μ m. Leurs résultats ont été montrés dans le tableau I.4 du paragraphe (I.2.5.1.c). Donc, à partir de

leurs valeurs de limite d'élasticité et en utilisant l'équation de Hall et Petch ($\sigma_y = \sigma_0 + k \times d^{-1/2}$) avec $k = 714$, les valeurs de contrainte de friction correspondantes ont été déterminées (Tableau III.4). De plus, à partir de nos résultats, il est possible d'établir une évolution du LRO en fonction de la vitesse de refroidissement pour les trois échantillons analysés par diffraction des neutrons (Figure III.30). Le LRO montre une évolution logarithmique en fonction de la vitesse de refroidissement, en accord avec des résultats de la littérature [Cle73] sur un alliage Fe-49%Co-2%V. L'augmentation de la vitesse de refroidissement diminue le taux d'ordre selon l'équation suivante :

$$\text{LRO} = 20,6 - 2,1 \ln (\text{Vitesse de refroidissement}) \quad (\text{III.7})$$

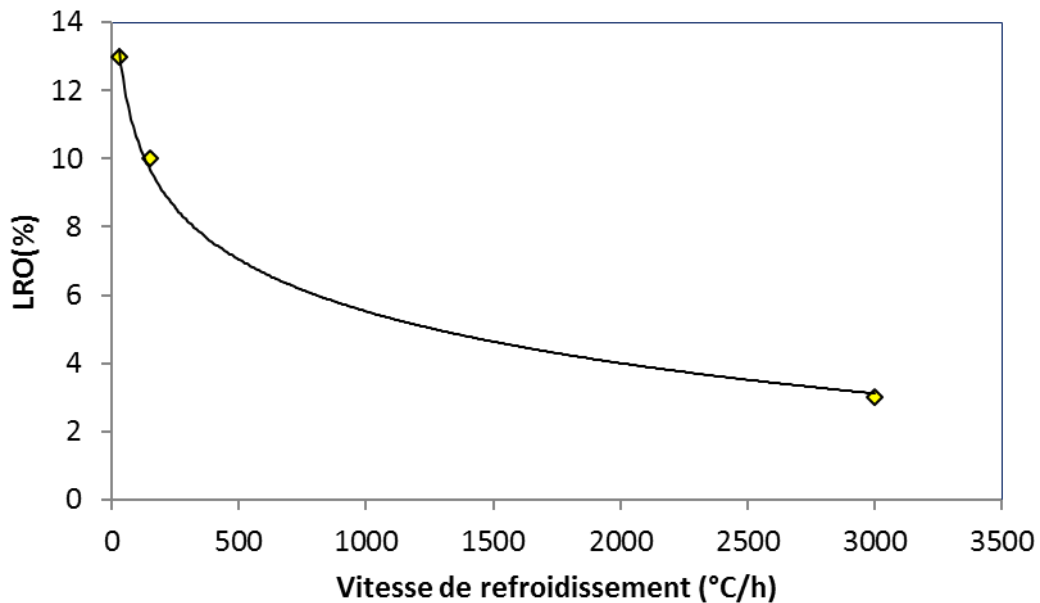


Figure III.30: Evolution de LRO en fonction de la vitesse de refroidissement.

En utilisant cette courbe, il est alors possible de déterminer les valeurs de LRO (Equation III.7) qui correspondent aux vitesses de refroidissement utilisées par Ren et al. [Ren01] (Tableau. III.4).

Tableau III.4 : Valeurs de LRO et de σ_0 calculées.

| Vitesse de refroidissement (°C/h) | LRO (%) | Contrainte de friction (σ_0) (MPa) |
|-----------------------------------|---------|---|
| 30 | 13 | 98 |
| 60 | 12 | 128 |
| 90 | 11 | 124 |
| 160 | 10 | 242 |
| 3000 | 3 | 266 |

En superposant les valeurs de LRO et de σ_0 de l'AFK502 à celle calculées, une évolution de σ_0 en fonction de LRO a été obtenue (Figure III.31).

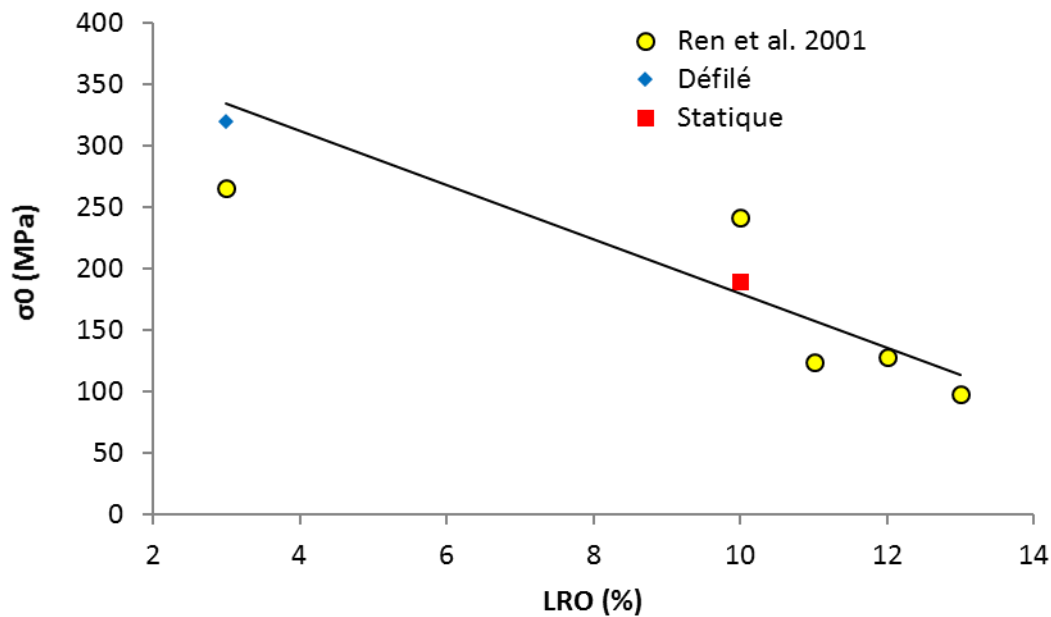


Figure III.31 : Evolution de la contrainte de friction en fonction du taux d'ordre à grande distance.

On peut alors décrire l'évolution de σ_0 en fonction de LRO avec l'équation III.8.

$$\sigma_0 = 400 - 22 \times \text{LRO} \quad (\text{III.8})$$

Résumé

La contrainte de friction varie linéairement en fonction du taux d'ordre à grande distance.

III.1.2 Discussion

III.1.2.1 Evolution de la texture au cours de la recristallisation

Il a été montré dans la littérature que l'alliage Fe-49%Co-2%V développe la fibre α après une recristallisation complète (recuit à 950°C pendant 30mn, pour une déformation de 85% par laminage) [Den05]. Au contraire, d'autres études ont montré qu'après une recristallisation complète (recuit à 730°C pendant 30mn, pour une déformation de 93%), un développement de la Cube et de la Goss a été observé [Ahm09]. Cette différence peut être expliquée par l'effet du taux de déformation différent, ainsi que par le passage dans le domaine austénitique dans le cas du recuit à 950°C.

Au cours de la recristallisation de l'AFK502, déformé à froid de 83%, la texture présente la fibre α à l'état déformé et la fibre γ à l'état recristallisé (pour les recuits à 710°C et 840°C), avec un renforcement autour de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$. Cette évolution de texture a déjà été observée dans les aciers IF [Sam05].

Le développement de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$, au cours de la recristallisation, peut être lié à la différence d'énergie stockée entre les différentes composantes de texture de l'état déformé ou de l'état restauré. Cette énergie stockée est liée à la densité de dislocations, une augmentation de la densité de dislocations augmentant l'énergie stockée. Cette densité de

dislocations a été estimée par EBSD en suivant le paramètre KAM [Cal10, Yos04]. Tout d'abord, la densité de dislocations peut être décrite en fonction des paramètres microstructuraux [Gao99] (Equation III.9).

$$\rho = k \theta_{AV} / db \quad (III.9)$$

Où ρ est la densité de dislocations, θ_{AV} , la désorientation moyenne, b , le vecteur de Burgers et d , la distance entre deux points de mesure.

Le paramètre KAM est défini comme étant la désorientation moyenne d'un point donné par rapport à ses voisins [Wri00]. Le KAM a été calculé entre chaque pixel et ses 4^{èmes} voisins (donc sur une distance de 4 fois le pas d'exploration, c'est-à-dire 0,4 μ m) et en excluant les désorientations supérieures à 15°. Ceci permet d'exclure les joints de grains fortement désorientés.

La figure III.32 montre l'évolution de la densité de dislocations des principales orientations des états déformé et restauré (recuit au défilé à 840°C pendant 15s) de l'AFK502.

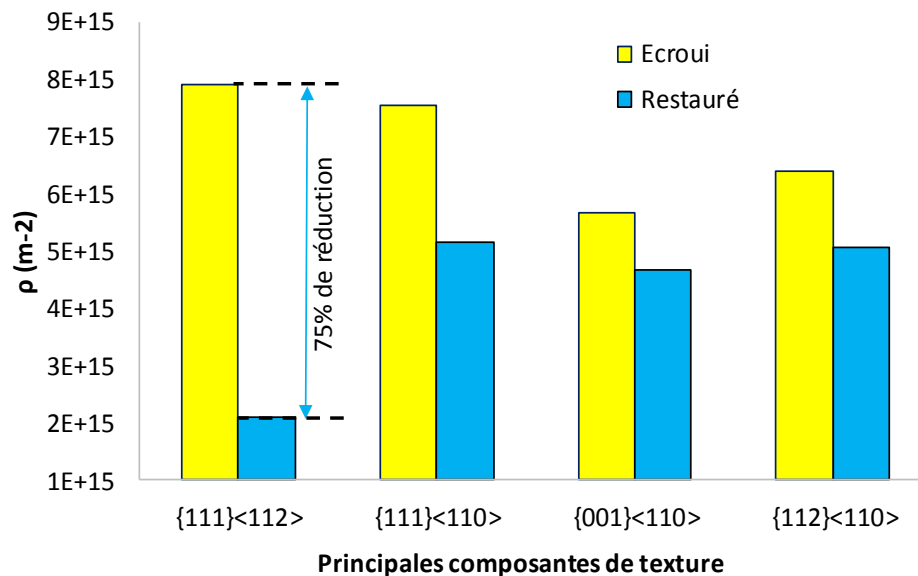


Figure III.32 : Evolution de la densité de dislocations des principales composantes de texture des états déformé et restauré.

A l'état déformé, l'énergie stockée de la composante {111}<112> est la plus élevée. Par contre, après restauration, on remarque une chute de la densité de dislocations pour cette composante puisqu'elle passe d'une valeur de 8×10^{15} à 2×10^{15} m⁻², soit une réduction d'énergie stockée de 75%. La densité de dislocations de la composante {111}<112> devient alors la plus faible à l'état restauré, c'est pourquoi elle se développe au cours de la recristallisation aux dépens des autres composantes de la texture

Cette estimation de l'énergie stockée par EBSD, nécessiterait toutefois d'être confirmée par d'autres méthodes, comme par exemple la diffraction des neutrons [Ett02, Ett06].

III.1.2.2 Effet de la distance entre interfaces sur le champ coercitif

Pour des microstructures complètement recristallisées de l'alliage Fe-49%Co-2%V, il a été montré que le champ coercitif variait linéairement avec la taille de grains [Sou04] (Equation I.5, paragraphe I.2.4.2). Au contraire, l'évolution du champ coercitif pour des microstructures partiellement recristallisées de l'alliage Fe-49%Co-2%V n'a pas été beaucoup abordée. Pour les alliages Fe-49%Co-2%V et Fe-49%Co-2%V-0,3Nb, respectivement, Thornburg [Tho69] et Hailer [Hai01] ont montré que la fraction recristallisée est le principal paramètre responsable de l'évolution du champ coercitif. En revanche, ils n'ont pas pris en compte la taille des différents objets de la microstructure, i.e., la taille des cellules de dislocations, la taille des sous-grains restaurés et la taille des grains recristallisés.

Les matériaux ferromagnétiques, comme l'AFK502, deviennent magnétiques lorsqu'ils sont placés dans un champ magnétique et conservent une partie de ce magnétisme lorsque le champ est annulé. Cela est dû à la présence de domaines magnétiques appelés domaines de Weiss [Cou94-98, Wae10-11]. Ces domaines magnétiques sont composés de moments magnétiques parallèles et séparés par des parois. Ces parois présentent une transition d'une direction d'aimantation à une autre et sont appelés parois de Bloch [Cou94-98, Wae10-11]. Lors de l'application d'un champ magnétique extérieur, les moments s'alignent parallèlement au champ extérieur appliqué. Après annulation du champ, les moments magnétiques présents dans les domaines magnétiques gardent leur direction parallèle à la direction initiale du champ et les parois de Bloch migrent dans le polycristal afin de minimiser leur énergie. Le mouvement des parois de Bloch peut être freiné ou modifié par les joints de grains (Figure III.33). Un joint de grains est un réseau planaire de dislocations et à ce titre un piège pour les parois de Bloch [Wae10].

L'augmentation de la taille de grains est une façon de réduire le nombre de joints de grains. Cela implique une plus grande facilité du mouvement des parois de Bloch et donc, une augmentation du flux magnétique. Une autre façon consiste à diminuer la densité de dislocations dans les joints de grains, c'est-à-dire, à obtenir de plus faibles désorientations entre les grains. Cela avantage le mouvement des parois de Bloch aux joints de grains [Wae10].

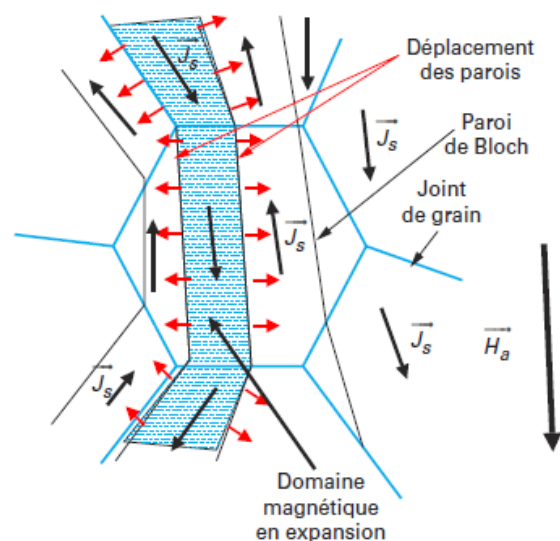


Figure III.33 : Mouvement de parois de Bloch dans une microstructure polycristalline [Wae10].

H_a est le champ appliqué et J_s est le flux magnétique.

Pour l'AFK502, nous avons montré que quelle que soit la microstructure, le champ coercitif diminue en fonction de la distance entre interfaces. Ces interfaces correspondent soit aux joints de grains, soit aux sous-joints de grains. Maintenant, si on trace l'évolution du champ coercitif seulement en fonction de la taille des grains recristallisés (Figure III.34), on ne retrouve plus l'évolution proposée dans littérature pour des microstructures complètement recristallisées. Par contre, si on ajoute l'effet de la taille des sous-grains faiblement désorientés, on recalcule le graphe sur celui des microstructures complètement recristallisées. Cela ne peut être expliqué que par l'effet des sous-joints faiblement désorientés qui freinent le mouvement des parois de Bloch.

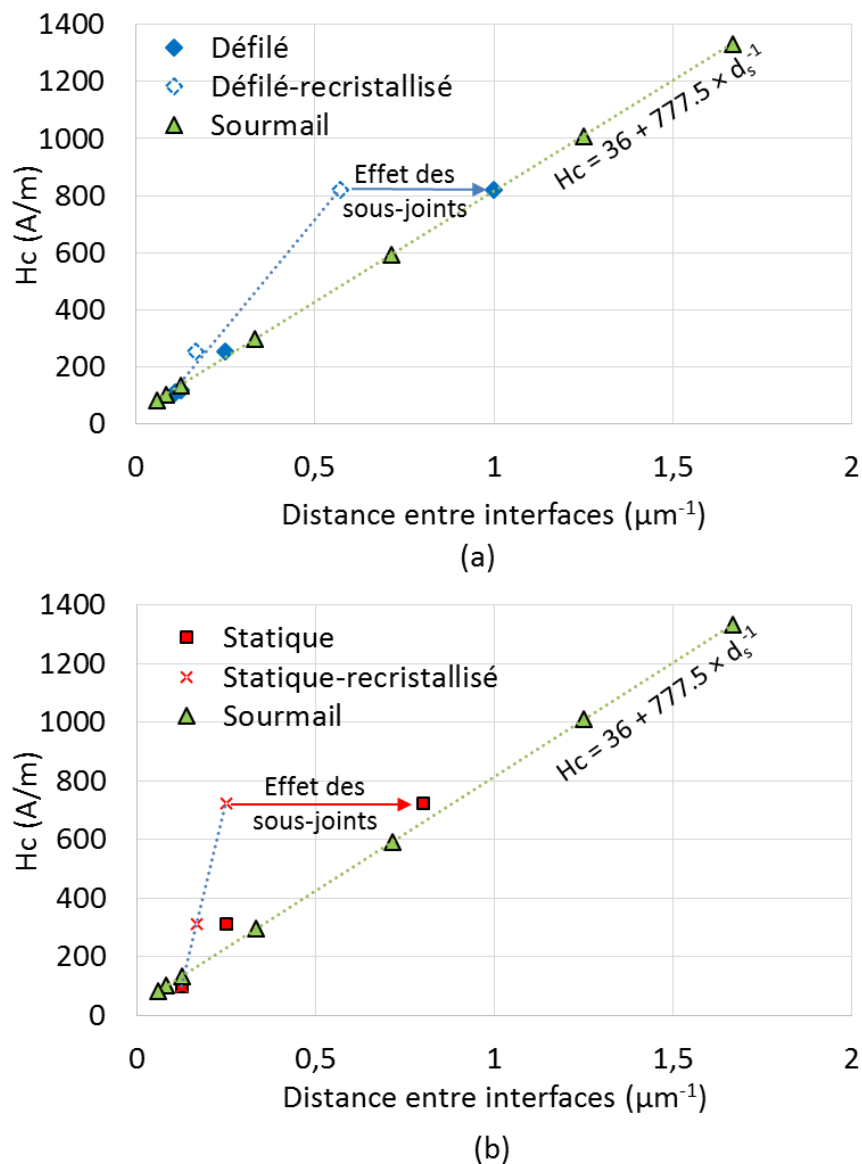


Figure III.34 : Evolution du champ coercitif en fonction seulement de la taille des grains recristallisés (en bleu) ou de la distance entre interfaces (en rouge), comparée à l'évolution du champ coercitif en fonction de la taille de grains pour des microstructures recristallisées [Sou04]. (a) Recuit au défilé et (b) recuit statique.

En conclusion, malgré la faible désorientation des sous-joints de grains, leur contribution n'est donc pas négligeable pour le blocage du mouvement des parois de Bloch dans l'AFK502.

III.1.2.3 Effet de la distance entre interfaces sur la limite d'élasticité

La limite d'élasticité varie en fonction de la taille des grains recristallisés en suivant la loi de Hall et Petch. Cette loi décrit le blocage du mouvement des dislocations par les joints de grains recristallisés. De plus, la validité de cette relation, pour des microstructures déformées a été abordée par beaucoup d'études dans la littérature. Comme déjà mentionné dans le paragraphe I.2.5.1.b, Li et al. [Li03] ont montré l'effet de l'angle de désorientation des sous-joints de grains sur la validité de cette relation pour un acier IF. Les auteurs ont proposé deux relations (I.7 et I.8) que nous rappelons ici :

$$\sigma_y = \sigma_0 + k' (d_{\text{sub}})^{-1/2}, \text{ pour } \theta_{\text{av}} \geq 15^\circ \quad (\text{I.7})$$

$$\sigma_y = \sigma_0 + k' (\theta_{\text{av}})^{1/2} (d_{\text{sub}})^{-1/2}, \text{ pour } \theta_{\text{av}} \leq 15^\circ \quad (\text{I.8})$$

σ_y est la limite d'élasticité, σ_0 est la contrainte de friction, d_{sub} est la taille des sous-grains et θ_{av} est l'angle de désorientation moyen de la microstructure

Dans le cas de l'AFK502, quel que soit le traitement thermique choisi, les valeurs de désorientation moyenne (Figure III.35) dans les microstructures sont supérieures à 15° . Ainsi, en accord avec les résultats de Li et al. [Li03], qui ont validé la loi de Hall et Petch quand $\theta_{\text{av}} \geq 15^\circ$, cette loi est applicable pour les microstructures partiellement recristallisées de l'AFK502.

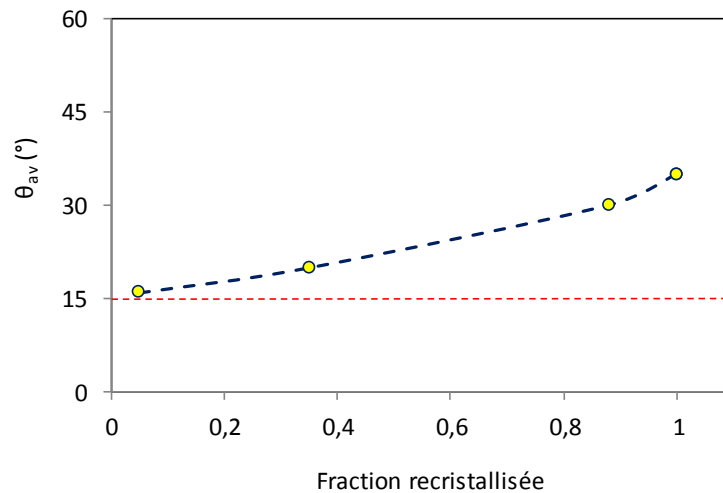


Figure III.35 : Evolution de l'angle de désorientation moyen (θ_{av}) en fonction de la fraction recristallisée.

Si on trace l'évolution de la limite d'élasticité seulement en fonction de la taille des grains recristallisés (Figure III.36), on ne retrouve plus l'évolution mesurée pour les microstructures de l'AFK502 et de la littérature [Sou04, Ren01], qui présente une valeur k de la pente de la loi de Hall et Petch égale à 714 (Figure III.24). Si on ajoute l'effet de la taille des sous-grains faiblement désorientés, on recale le graphe sur celui des microstructures

complètement recristallisées. Cela explique la contribution des sous-joints sur le blocage du mouvement de dislocations.

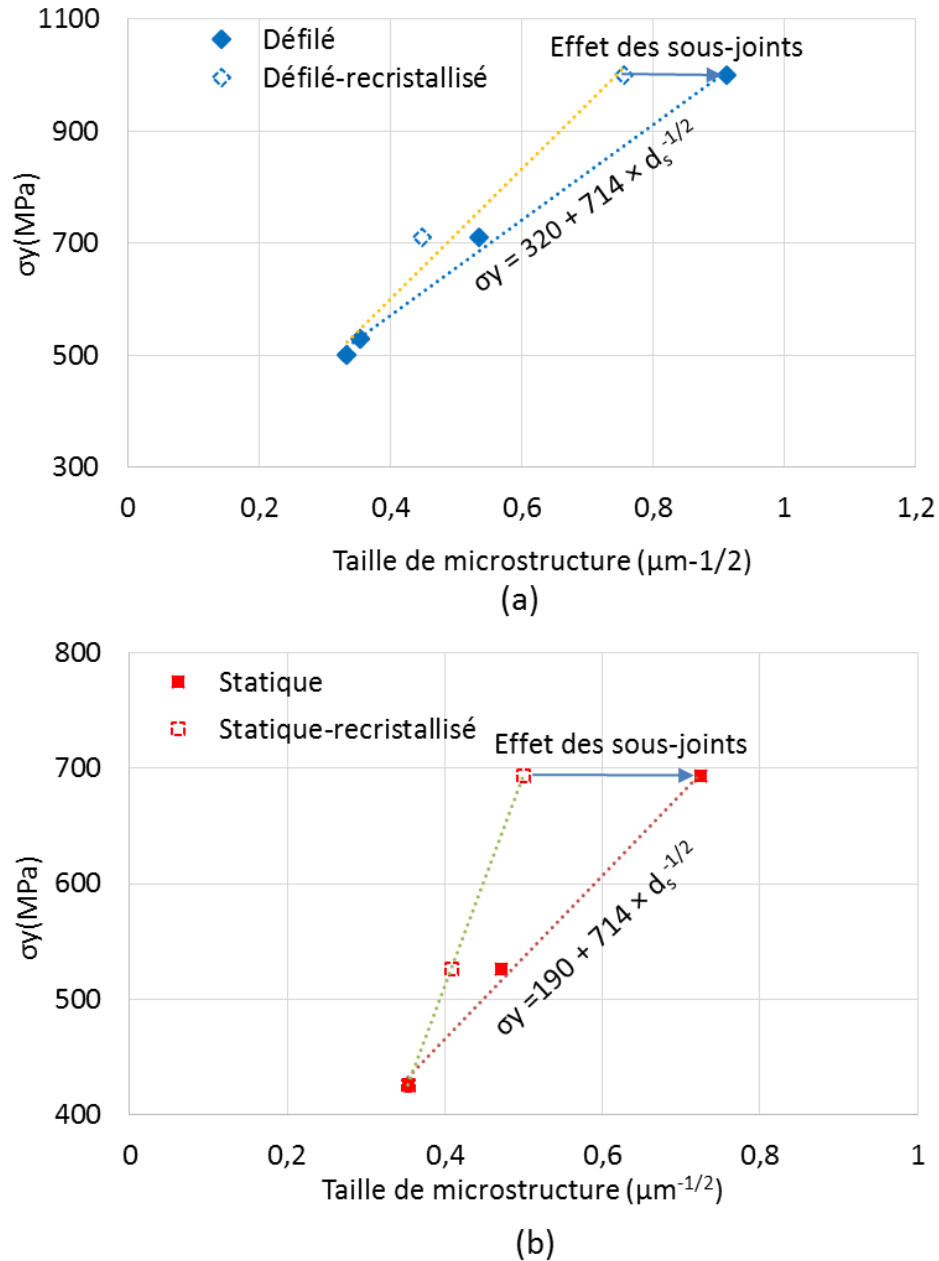


Figure III.36 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction seulement de la taille des grains recristallisés, comparée à celle en fonction de la distance entre interfaces. (a) Recuit au défilé et (b) recuit statique.

Résumé

La loi de Hall et Petch peut être appliquée aux alliages partiellement recristallisés en sommant l'effet de la taille des grains recristallisés à celui des sous-grains de restauration.

III.1.2.4 Effet de l'ordre à grande distance sur la contrainte de friction

La figure III.37 montre le mouvement de dislocations dans une matrice ordonnée. Lors de la mise en ordre, la création d'une dislocation dans une zone ordonnée (Figure III.37 (a)) implique une cassure dans l'ordre structurale. On passe de deux lignes alternées en atomes de Fe et de Co (et vice versa) à deux lignes de la même structure (Figure III.37 (b)) et cela crée un joint énergétiquement défavorable appelé joint d'antiphase (APB : AntiPhase Boundary). Afin d'éliminer ces joints d'antiphases, le système crée une deuxième dislocation (Figure III.37 (c)) que l'on peut observer en microscopie en transmission (Figure III.38). Ces dislocations sont nommées dislocations associées, paires ou doubles. Elles glissent ensuite dans la matrice en éliminant les joints d'antiphase (Figure III.37 (d)) ce qui a pour conséquence de diminuer l'énergie du système.

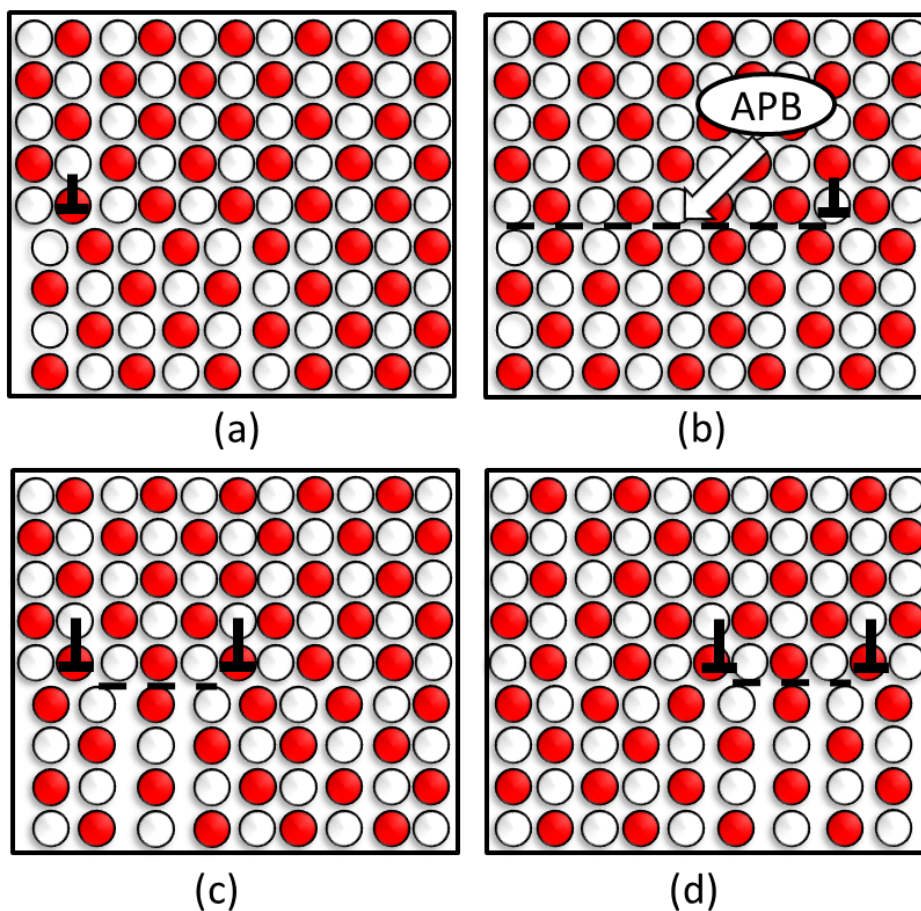


Figure III.37 : Mouvement de dislocations dans un domaine ordonné. (a) Création d'une dislocation simple, (b) création d'un joint d'antiphase énergétiquement défavorable, (c) création d'une deuxième dislocation et (d) mouvement de dislocations associées [Che11].

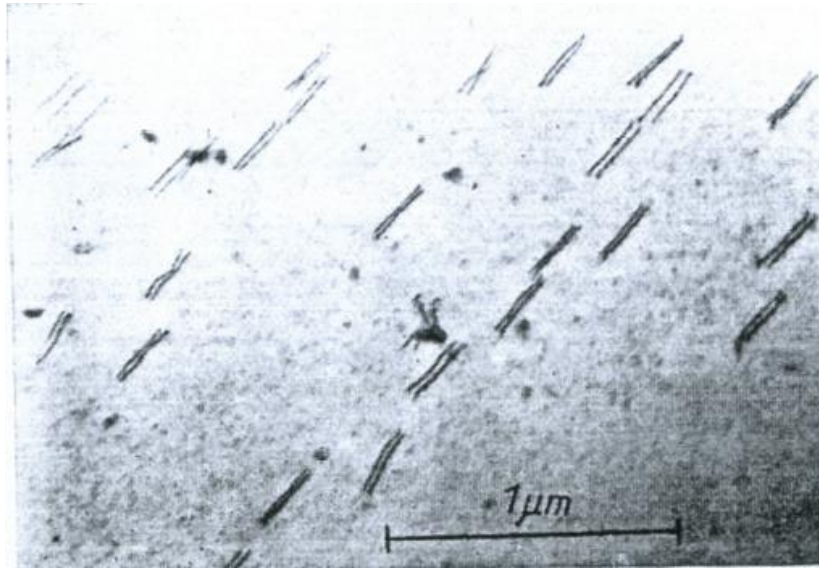


Figure III.38 : Présence de dislocations paires dans un alliage Fe-49%Co-2%V trempé à l'eau à partir de la température de 752°C [Moi71].

Stoloff et Davies [Sto64] ont expliqué l'évolution de la limite d'élasticité en fonction du taux d'ordre en supposant qu'il y a une transition dans le mode de déformation (voir chapitre I/ paragraphe I.2.5.1.c). On passe d'un mouvement de dislocations simples dans des zones d'ordre à courte distance, à un mouvement de dislocations doubles dans les zones d'ordre à grande distance. Notons que dans cette étude le taux de SRO n'a pas été quantifié. Pour de faibles taux d'ordre S ($LRO \leq 0,1$), l'énergie d'antiphase (E_{AN}) est faible. Cela implique une dissociation des dislocations doubles en dislocations simples. Or, le mouvement des dislocations simples n'est pas favorable énergétiquement et donc augmente la limite d'élasticité. Les auteurs ont supposé que ce mouvement se fait dans les zones d'ordre à courte distance. En revanche, pour des taux d'ordre élevés ($S \geq 0,1$), le mouvement des dislocations est assuré par des dislocations doubles. Cela nécessite une faible énergie et donc une diminution de la limite d'élasticité.

Dans le cas de l'AFK502, il a été trouvé que quelle que soit la température et même pour de faibles valeurs de taux d'ordre à grande distance ($0,03 \sim 0,1$), la limite d'élasticité diminue et varie seulement en fonction de l'ordre à grande distance, alors que l'ordre à courte distance reste constant. De plus, il a été démontré plus haut que la contrainte de friction dépendait uniquement de l'ordre à grande distance.

La contrainte de friction est définie comme étant la contrainte nécessaire pour le glissement d'une source de dislocations dans une structure atomique. De plus, le mouvement des dislocations associées requiert une plus faible énergie que le mouvement des dislocations simples. Donc, la contrainte nécessaire pour faire glisser une source de dislocations simples est plus élevée que celle pour faire glisser une source de dislocations doubles. Par conséquent, l'association de dislocations dans les zones ordonnées à grande distance implique une contrainte de friction plus faible. Donc, la contrainte nécessaire pour faire glisser une dislocation dans la matrice globale est abaissée par la fraction des zones ordonnées à grande distance. Au contraire, la contrainte nécessaire pour le glissement d'une source de dislocations dans les zones désordonnées est constante quelle que soit leur fraction.

En ce qui concerne la constante k de la loi de Hall et Petch, des résultats de la littérature ont montré que ce paramètre présente des valeurs plus élevées pour des échantillons plus ordonnés [Mar64, Jor69]. En contredisant ces résultats, Zhao et Baker [Zha94] ont démontré que la constante k était indépendante de l'état d'ordre dans les alliages Fe-Co. Nos résultats le confirment, en montrant une valeur de 714 identique pour tous les échantillons quel que soit leur taux d'ordre (Jordan et Stoloff [Jor69], Ren et al. [Ren01] et présente étude). De fait, on peut supposer que la constante k dépend essentiellement de la composition chimique du métal ainsi que de sa structure cristalline.

Résumé

La fraction de zones ordonnées à grande distance est un paramètre important qui influe sur la contrainte de friction de l'alliage AFK502. La présence de ces zones implique plus d'association de dislocations simples en dislocations doubles. Cela conduit à une contrainte plus faible pour le mouvement d'une source de dislocations dans la matrice et donc une contrainte de friction plus faible.

III.1.2.5 Compromis entre propriétés magnétiques et mécaniques de l'AFK502

Afin d'optimiser les pertes magnétiques et la limite d'élasticité de l'AFK502, une comparaison a été faite entre les équations obtenues à partir de la caractérisation de la microstructure et de la mise en ordre et l'évolution expérimentale des pertes en fonction de la limite d'élasticité.

Dans un premier temps, la valeur de la constante k (~ 714) et l'expression de la contrainte de friction (Equation III.8) ($\sigma_0 = 400 - 22 \times \text{LRO}$) ont été introduites dans la relation globale de la loi de Hall-Petch. Une relation globale de la limite d'élasticité en fonction de la distance entre interfaces et l'ordre à grande distance est alors obtenue :

$$\sigma_y = (400 - 22 \times \text{LRO}) + 714 \times d_s^{-1/2} \quad (\text{III.10})$$

Les pertes magnétiques dépendent de l'inverse de la distance entre interfaces (Equation III.11).

$$\text{Pertes (W/kg) (400Hz, 1,5T)} = 44 + 178 \times d_s^{-1} \quad (\text{III.11})$$

Cette évolution a été établie expérimentalement (Figure III.39).

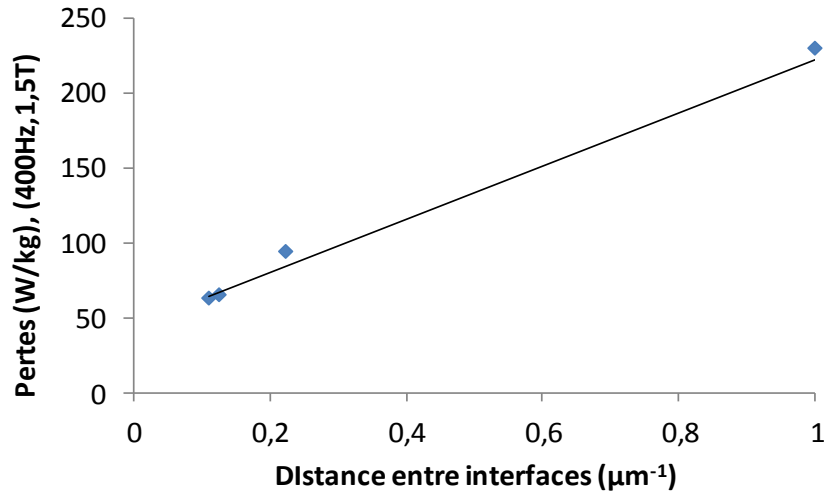


Figure III.39 : Evolution des pertes magnétiques en fonction de la distance entre interfaces

Par conséquent, en exprimant le paramètre d_s (distance entre interfaces) à partir de l'équation III.10, l'équation III.11 devient :

$$\text{Pertes} = 3,5 \times 10^{-4} (\sigma_y - \sigma_0)^2 + 44 \quad (\text{III.12})$$

Cette équation polynômiale de degré 2, définie à partir de la caractérisation de la microstructure et de la mise en ordre de l'alliage Fe-49%Co-2%V, est en accord avec l'évolution obtenue expérimentalement entre pertes et σ_y (Figure III.1).

Les équations établies à partir des caractérisations microstructurales de l'AFK502 (distance entre interfaces, état d'ordre à grande distance) sont donc confirmées puisqu'elles permettent de décrire correctement les évolutions expérimentales des pertes magnétiques en fonction de la limite d'élasticité.

Sachant que les valeurs de pertes magnétiques et de limite d'élasticité demandées par l'industrie sont respectivement : pertes $\leq 100\text{W/kg}$ (400Hz, 1,5T) et $\sigma_y \geq 600\text{MPa}$, le meilleur compromis pertes magnétiques/limite d'élasticité a été calculé.

A partir de l'équation III.11, une valeur de distance entre interfaces de $3\mu\text{m}$ est obtenue en fixant le maximum de pertes à 100W/kg (400Hz, 1,5T). Si on utilise cette valeur dans l'équation III.10, on trouve :

$$\sigma_y = 812 - 22 \times \text{LRO} \quad (\text{III.13})$$

Donc, pour cette valeur de $3\mu\text{m}$, la valeur de la limite d'élasticité maximale que l'on peut obtenir est de 812MPa , ce qui correspond à 100% de désordre (LRO = 0%). Cependant, d'après l'évolution du degré d'ordre à grande distance en fonction de la vitesse de refroidissement, il semble impossible d'atteindre un désordre complet industriellement. En effet, la vitesse de refroidissement maximale appliquée industriellement correspond à 3% d'ordre à grande distance, et donc la limite d'élasticité que l'on peut atteindre est de 746MPa . La figure III.40 montre les limites théorique (LRO = 0%) et industrielle (LRO = 3%).

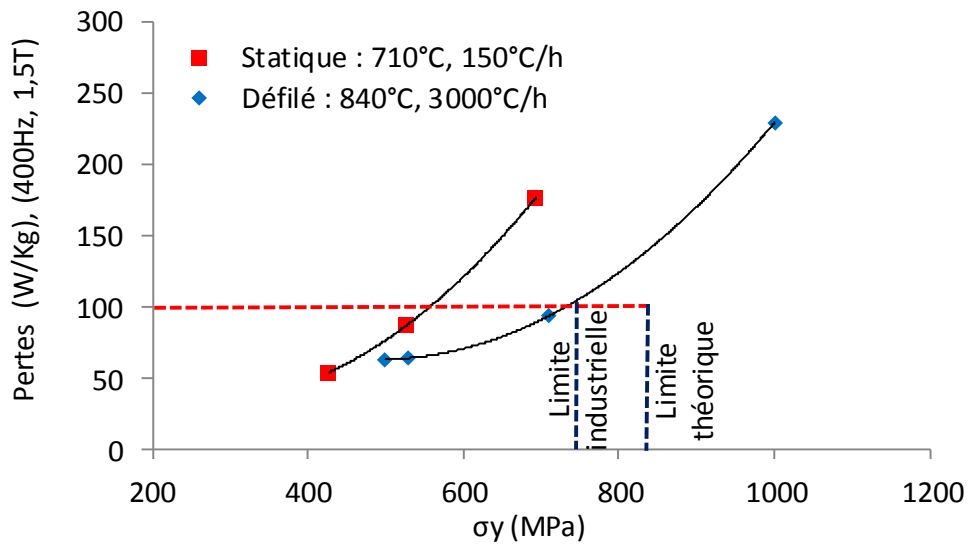


Figure III.40 : Limites théorique et industrielle du compromis pertes magnétiques/limite d'élasticité de l'AFK502.

Résumé

Pour un alliage Fe-49%Co-2%V avec 0,03% de Nb (en pourcentage massique), laminé à froid de 83%, le compromis industriel que l'on peut atteindre est de : Pertes = 100 (W/kg) (400Hz, 1.5T) et $\sigma_y = 746\text{MPa}$.

III.1.3 Conclusion

L'étude de l'alliage Fe-49%Co-2%V a montré que les propriétés magnétiques et mécaniques dépendent de deux paramètres principaux : la distance entre interfaces et le taux d'ordre à grande distance.

Cette étude a établi que malgré la faible désorientation des sous-joints de grains, leur contribution au blocage du mouvement des parois de Bloch (effet sur le champ coercitif) et à celui des dislocations (effet sur la limite d'élasticité) n'est pas négligeable.

L'ordre à grande distance influence seulement sur la contrainte de friction σ_0 de la loi de Hall et Petch. Une diminution du taux d'ordre augmente la contrainte de friction. Il a été supposé que l'association de dislocations en dislocations paires nécessite une force plus faible pour le glissement d'une source de dislocations dans une zone ordonnée. Cela implique une contrainte de friction plus faible.

La constante k qui correspond à la pente de la loi de Hall-Petch est indépendante du taux d'ordre.

III.2. AFK1

III.2.1 Résultats

Ce chapitre est consacré à la caractérisation globale de la microstructure et de la texture après toutes les étapes de la gamme thermomécanique qui permettent d'améliorer les propriétés magnétiques et notamment l'induction magnétique (B_{100e}) de l'alliage Fe-27%Co. Cette dernière propriété magnétique est liée au développement de la texture de Goss. Rappelons que cette texture résulte d'un processus industriel développé par Aperam alloys Imphy (Figure II.1). Ce procédé comprend un laminage à chaud, suivi d'un premier recuit à 930°C durant 1h. Ensuite, la tôle recuite subit deux laminages à froid (70% de réduction chacun) séparés par un recuit intermédiaire à 930°C durant 4h. La gamme industrielle se termine par trois recuits finaux à 930°C pour différents temps de maintien, respectivement, de 20mn, 4h et 24h.

Afin d'étudier l'origine et le développement de la texture de Goss, deux échantillons présentant des fractions de Goss finales différentes ont été comparés. Dans un premier temps, on s'est intéressé à étudier le lien qui pouvait exister entre cette texture de recristallisation (recuit final R5) et la texture de déformation à froid, et plus précisément la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, issue des LAF1 et LAF2. Dans un second temps, cette texture de l'état déformé a été corrélée à celle du premier recuit (recuit R1), elle-même dépendante des conditions du laminage à chaud.

En parallèle, l'origine du développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, lors des laminages à froid, a été étudiée, notamment grâce à l'analyse des mécanismes de déformation de l'AFK1, en particulier les systèmes de glissement activés.

III.2.1.1 Effet de la texture sur les propriétés magnétiques

La figure III.41 montre l'évolution de l'induction magnétique (B_{100e}) pour différentes gammes de transformation, elles-mêmes réalisées à partir de plusieurs laminés à chaud.

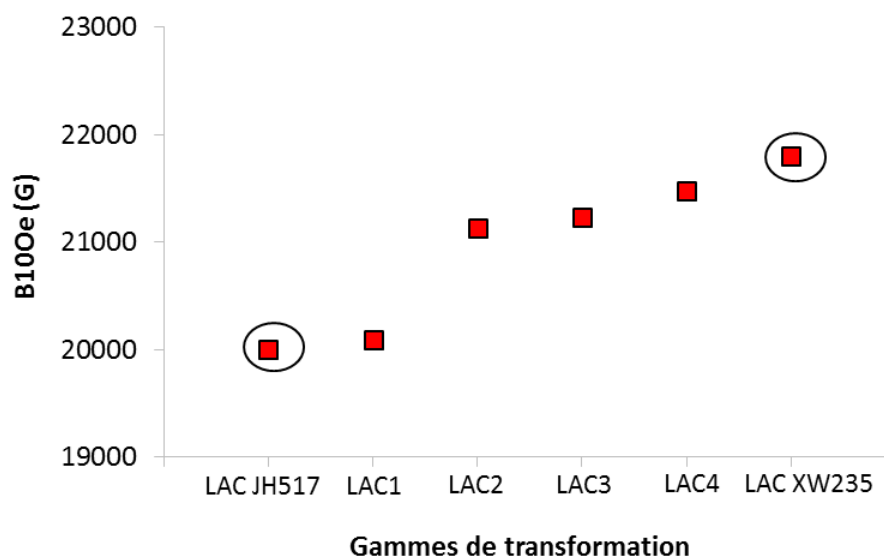


Figure III.41 : Evolution de l'induction magnétique B_{100e} en fonction des traitements thermomécaniques réalisés à partir de différents laminés à chaud.

Afin d'en comprendre l'origine, nous avons comparé la texture de deux échantillons présentant des propriétés magnétiques complètement différentes. Ils correspondent aux points extrêmes du graphique et ont été entourés :

- un échantillon issu de la gamme de transformation réalisée à partir du laminé à chaud LAC XW235 (dénomination industrielle chez Aperam Alloys Imphy) offrant la valeur d'induction magnétique la plus élevée ($B_{100e} = 21800$ G)
- un échantillon issu de la gamme de transformation réalisée sur le LAC JH517 présentant les propriétés magnétiques les plus faibles ($B_{100e} = 20000$ G).

Notons d'une part, que ces deux échantillons proviennent d'un sous-traitant d'Aperam Alloys Imphy et d'autre part, que la gamme étant très ancienne, Aperam ne dispose plus des paramètres du laminage à chaud. L'objectif de ce chapitre de thèse est donc de mieux comprendre la formation de la texture de Goss afin de pouvoir reproduire la gamme du LAC XW235 qui possède d'excellentes propriétés magnétiques.

La texture des deux échantillons issus respectivement des laminés à chaud XW235 et JH517, mesurée par diffraction des rayons X, est présentée sur la figure III.42. En fin de gamme, une texture accusée autour de la composante de Goss est donc observée. L'échantillon issu du LAC XW235 présente une fraction de Goss d'environ $\sim 60\%$, tandis que le JH517 montre seulement une fraction d'environ $\sim 35\%$. Cette différence est à l'origine de celle des valeurs d'induction magnétiques entre les deux tôles finales. En effet, plus la fraction de Goss est importante, meilleures sont les propriétés magnétiques. Cela confirme de nombreux résultats obtenus auparavant sur le développement de la texture de Goss dans l'alliage de Fe-Si à grains orientés [Mis84, Cru04, Cru05, Dor07, Cru08, Ghe09, Guo11].

Notons que tous les calculs de fractions des composantes de texture ont été faits en fixant une dispersion de 15° autour de leur position idéale.

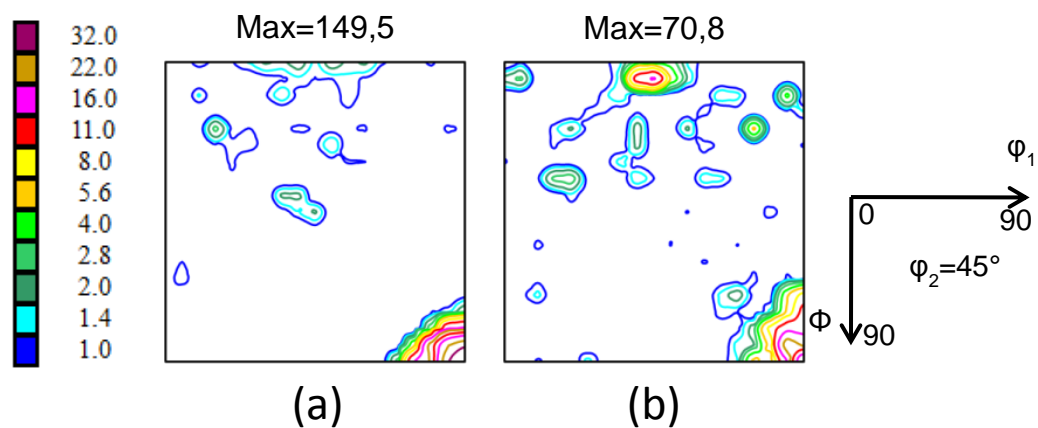


Figure III.42 : Texture après le recuit final (R5) des deux tôles issues (a) du laminé à chaud XW235 et (b) du laminé à chaud JH517.

Il reste toutefois à identifier l'origine de cette texture de Goss, ainsi que l'origine de la différence d'acuité à la fin du processus thermomécanique. Pour cela, nous avons étudié en détails l'évolution de la texture et de la microstructure de l'AFK1 au cours des deux gammes de fabrication.

III.2.1.2 Evolution de la texture et de la microstructure au cours des traitements thermomécaniques

III.2.1.2.1 Evolution de la texture

L'évolution de la texture des deux échantillons (XW235 et JH517) au cours du processus thermomécanique est décrite sur les figures III.43 et III.44. Pour les tôles forgées, laminées à chaud et recuites (R1), la texture a été mesurée par EBSD dans le plan (DL, DN) en raison de son hétérogénéité dans l'épaisseur. A l'inverse, le reste de la gamme a été analysé par diffraction des rayons X dans le plan de laminage (DL, DT).

L'état de référence, c'est-à-dire l'état forgé, présente une texture quasi isotrope (Figure III.43). Après le laminage à chaud, la texture du LAC XW235 est caractérisée par une fibre α et notamment les composantes de Cube tournée, Goss, ainsi que la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$. Leurs fractions respectives sont de 16%, 7,6% et 10%. De plus, un renforcement autour des deux composantes $\{112\}\langle 111 \rangle$ et $\{110\}\langle 112 \rangle$ est aussi observé. Au contraire, le LAC JH517 présente une texture proche de l'aléatoire. Le premier recuit à 930°C (R1) du LAC XW235 engendre une texture accusée autour des deux composantes Cube tournée et de Goss, avec des fractions respectivement de 17% et de 8% alors qu'une texture relativement isotrope est présente pour le recuit du LAC JH517. Nous remarquons aussi que la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ disparaît après le premier recuit du LAC XW235.

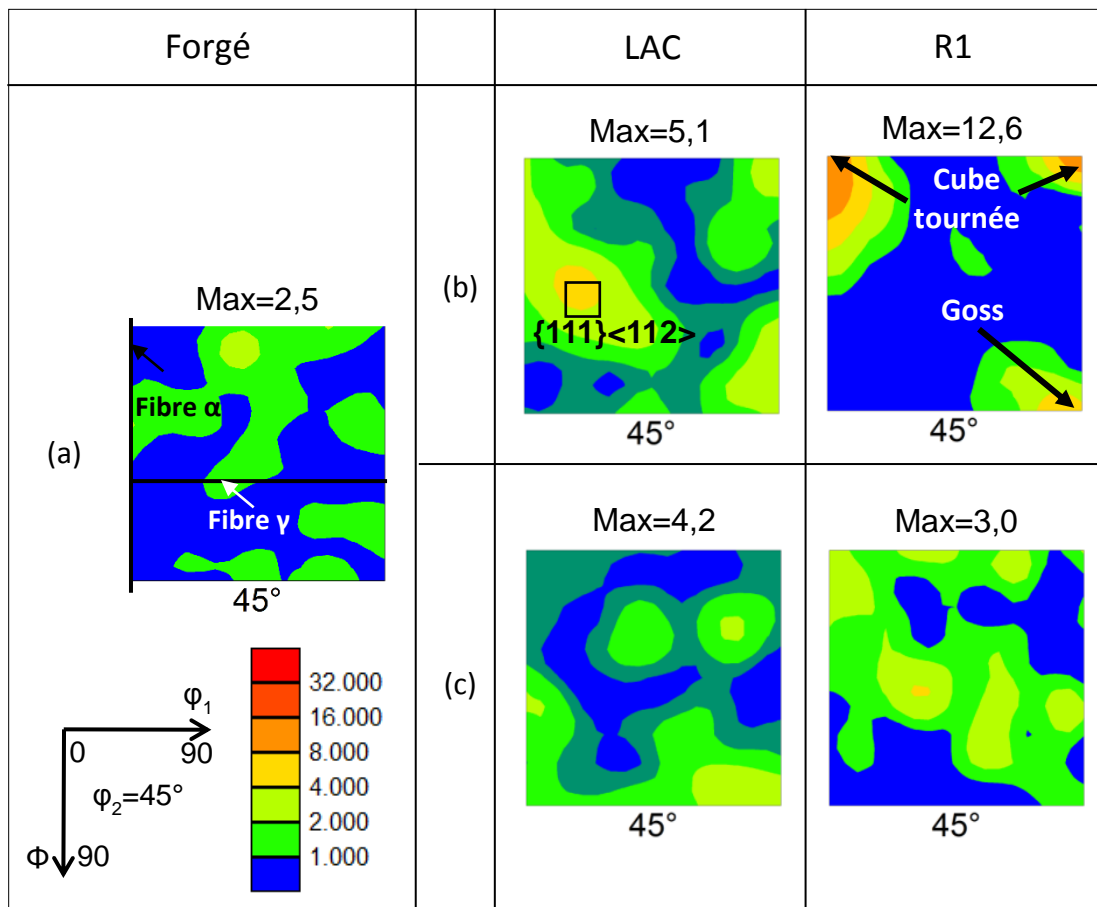


Figure III.43 : Evolution de la texture mesurée par EBSD. (a) Etat forgé ; Etats laminés à chaud et recuits (R1) pour les LAC (b) XW235 et (c) JH517.

Après le premier laminage à froid de 70% de réduction d'épaisseur (Figure III.44), pour les deux échantillons, on observe le développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ de la fibre γ et la présence d'une fibre α partielle avec notamment la composante Cube tournée. Il est intéressant de noter que la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est plus accusée pour l'échantillon XW235. Les fractions sont respectivement de 22% et 8% pour les composantes $\{111\}\langle 112\rangle$ et Cube tournée pour le XW235, contre 17% et 13,5% pour le JH517.

Rappelons que cette composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est caractéristique de la texture de déformation à froid d'autres alliages magnétiques comme les alliages Fe-Si.

Le deuxième recuit à 930°C (R2) permet de développer la composante de Goss, qui est plus accusée dans le cas du XW235, avec une fraction de 36%, contre 29% pour le JH517.

Le second laminage à froid permet de développer à nouveau la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. Cependant, les fractions sont plus élevées par rapport à celles du premier laminage à froid, on passe de 22% à 28% pour le XW235 et de 17% à 20% pour le JH517. Nous remarquons aussi que la fraction de la composante Cube tournée du LAF2 chute à 3% et 6% respectivement, pour le XW235 et le JH517.

Enfin, les recuits finaux (R3, R4 et R5) des deux échantillons permettent de développer la texture de Goss, qui s'intensifie d'un recuit à l'autre. L'évolution des fractions de la composante de Goss pour les deux échantillons XW235 et JH517 est montrée dans le tableau III.5. Vu la grande taille des grains de Goss aux recuits finaux, les fractions de cette dernière composante peuvent être surestimées.

Tableau III.5 : Evolution de la fraction de l'orientation de Goss au cours des trois derniers recuits.

| | Fraction de l'orientation de Goss (%) | | |
|-----------|---------------------------------------|-----------|-----------|
| | Recuit R3 | Recuit R4 | Recuit R5 |
| LAC XW235 | ~ 41 | ~ 48 | ~ 60 |
| LAC JH517 | ~ 30 | ~ 33 | ~ 35 |

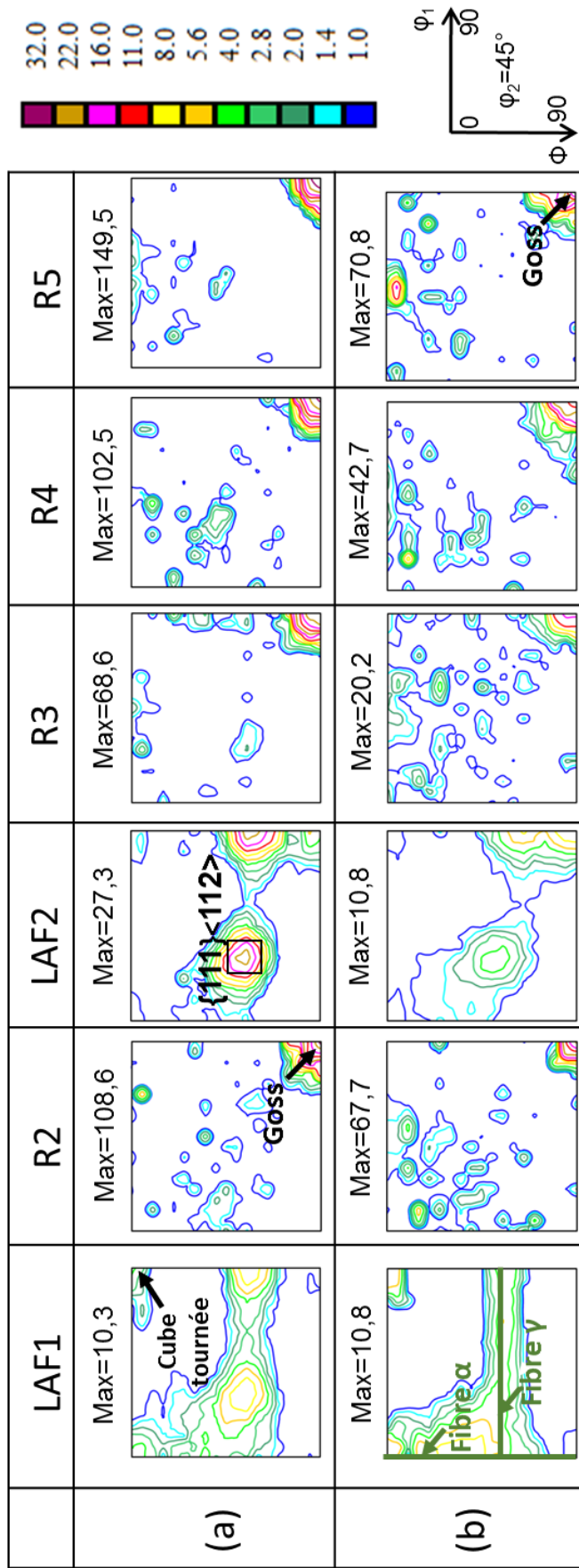


Figure III.44: Evolution de la texture obtenue par diffraction des rayons X lors du processus thermomécanique à partir du premier laminage à froid (a) LAC XW235, (b) LAC JH517.

Résumé :

Nous récapitulons ici comment se développe la texture de Goss dans l'alliage Fe-27%Co au cours des différentes phases de la gamme de transformation thermomécanique :

- L'état forgé est caractérisé par une texture quasi isotrope.
- L'état laminé à chaud est caractérisé par un renforcement autour des composantes de Goss, Cube tournée, et $\{111\}\langle 112 \rangle$ pour le LAC XW235 ou par une texture quasi aléatoire pour le LAC JH517.
- Le premier recuit est caractérisé par un renforcement de la Cube tournée et de la Goss pour le LAC XW235 ou par une texture quasi isotrope pour le LAC JH517.
- Le LAF1 conduit à un renforcement de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ et à l'apparition d'une fibre α partielle avec notamment la composante Cube tournée. Un reste de Goss est également observé.
- Le recuit R2 permet de développer une forte intensité de la composante de Goss et de faire disparaître les composantes de laminage à froid.
- Le LAF2 intensifie la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ par rapport au premier laminage à froid et conduit à la disparition de la fibre partielle α .
- Lors du recuit R3, la composante de Goss réapparaît alors que la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ disparaît.
- Les recuits R4 et R5 permettent d'intensifier la composante de Goss.

Après avoir étudié l'évolution de la texture des échantillons au cours de la gamme thermomécanique, il reste maintenant à regarder l'évolution de la microstructure.

III.2.1.2.2 Evolution de la microstructure

III.2.1.2.2.a Etat forgé

L'état forgé est caractérisé par des grains déformés fortement désorientés entre eux ($\theta \geq 15^\circ$) (Figure III. 45 a), présentant une taille de grains moyenne de $130\mu\text{m}$. Ces grains sont composés de sous-grains faiblement désorientés ($\theta \leq 15^\circ$) (Figure III.45 b), avec une taille de qui ne dépasse pas $20\mu\text{m}$.

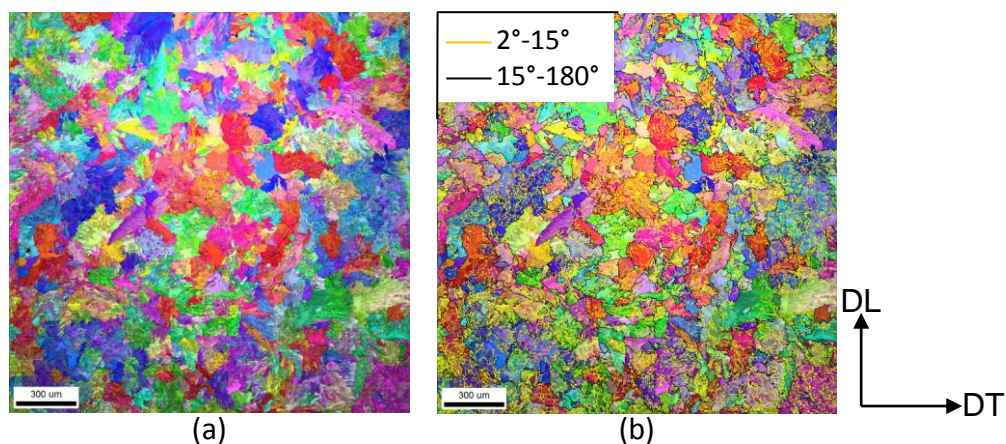


Figure III. 45 : Microstructure de l'état forgé. (a) Distribution de l'indice de qualité et des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$ et (b) distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$ et tracé des joints en noir ($\theta \geq 15^\circ$) et des sous-joints en orange ($2^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$).

III.2.1.2.2.b Etats laminés à chaud

La figure III.46 présente les microstructures des laminés à chaud XW235 et JH517. Une hétérogénéité le long de l'épaisseur de la tôle (2,5 mm) est observée.

Contrairement aux centre des tôles laminées à chaud, caractérisées par des microstructures complètement recristallisées (taille moyenne de grains de $10\mu\text{m}$), les bords des deux tôles laminées à chaud, sur environ $200\mu\text{m}$ d'épaisseur (dans la direction DN), sont définis par des microstructures bimodales, avec deux tailles de grains différentes, respectivement, de $10\mu\text{m}$ et $2,5\mu\text{m}$ (Figure III.47). Cette distribution bimodale de taille de grains est indirectement liée au cisaillement que subissent les tôles sous les rouleaux du laminoir. Le cisaillement engendre un taux de déformation plus fort vers les bords de la tôle. Cette forte déformation implique une forte énergie stockée dans les bords de la tôle par rapport au centre et donc un nombre de germes plus grand durant la recristallisation dynamique. Finalement, cette hétérogénéité du nombre de germes entre le centre et les bords de la tôle induit une hétérogénéité de la distribution de la taille de grains.

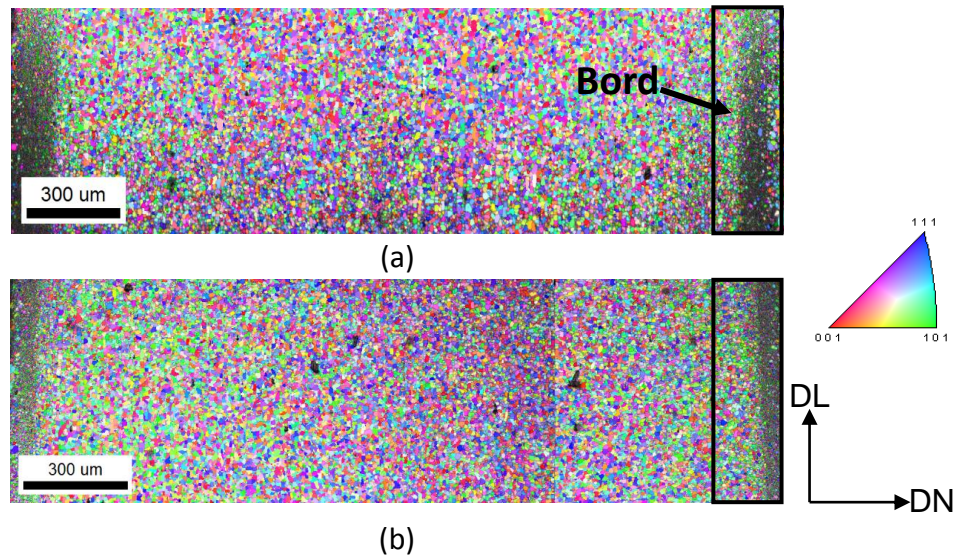


Figure III.46 : Microstructure des laminés à chaud (a) XW235 et (b) JH517 (distribution des IQ + plans $\{hkl\} // (DL, DT)$).

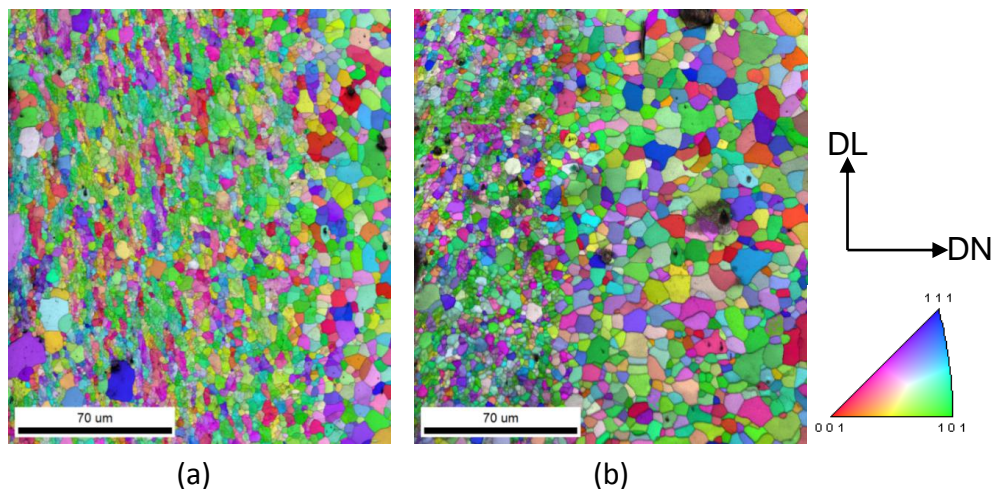


Figure III. 47 : Microstructures des bords des laminés à chaud (a) XW235 et (b) JH517 (distribution des IQ + plans $\{hkl\} // (DL, DT)$).

Cette hétérogénéité de la microstructure peut être corrélée à celle de la texture observée dans l'épaisseur des tôles laminées à chaud. Les bords sont caractérisés par un renforcement des composantes $\{112\}\langle 111\rangle$ et $\{110\}\langle 112\rangle$, qui présentent respectivement, des fractions d'environ $\sim 7\%$ et $\sim 6\%$ (Figure III.48). Les zones recristallisées (centre de la tôle) sont caractérisées par un renforcement de la Cube tournée et notamment dans le cas du LAC XW235. Elles présentent respectivement des fractions de $\sim 13\%$ et $\sim 4\%$, pour le LAC XW235 et le LAC JH517. Cette texture a également été observée dans des tôles laminées à chaud de Fe-Si [Mis84]. Notons que la composante de Goss est plus élevée sur les bords qu'au centre des tôles issues du LAC XW235. On mesure une fraction d'environ $\sim 6\%$ aux bords contre $\sim 2\%$ au centre.

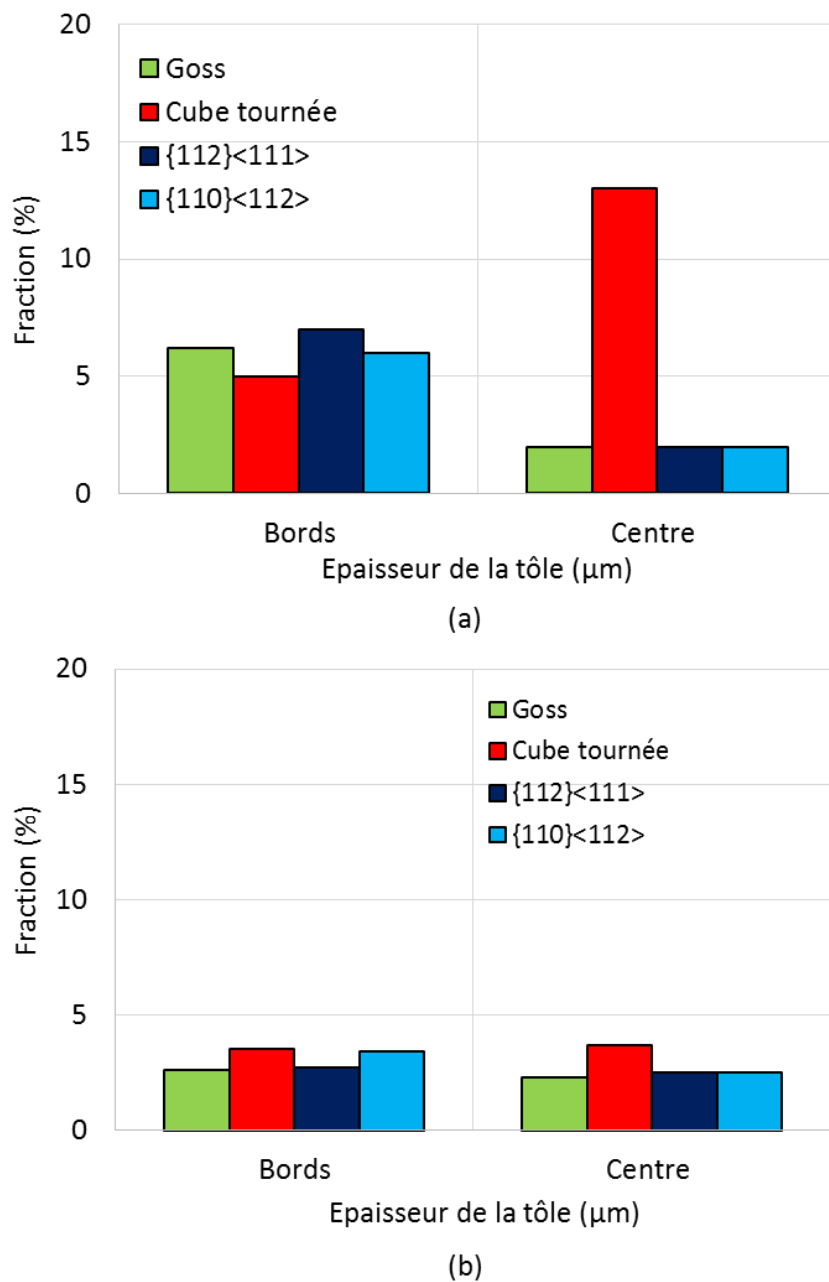


Figure III.48 : Evolution de la fraction des principales orientations cristallographiques dans l'épaisseur des tôles laminées à chaud (a) XW235 et (b) JH517.

Résumé

Les laminés à chaud sont caractérisés par :

- Des zones recristallisées, sur les bords de la tôle, caractérisées par une texture renforcée autour des composantes $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{110\}\langle 112\rangle$ et de Goss. La formation de ces zones est due au cisaillement que subit la pièce forgée sous les rouleaux du laminoir [Mis84].
- Des zones recristallisées à plus gros grains, au centre de la tôle, présentant un renforcement autour de la Cube tournée. Cette composante de texture est typique des matériaux CC laminés à chaud [Mis84].

III.2.1.2.2.c Etude du premier recuit

Après un premier recuit sous hydrogène, pendant 1h à 930°C, la microstructure des deux échantillons est similaire (Figure III.49). Il apparaît une forte hétérogénéité de taille de grains dans l'épaisseur des tôles. Elle est respectivement de l'ordre de 75µm et 45µm, sur les bords et au centre du XW235, de 70µm sur les bords et 35µm au centre du JH517. Cette différence de taille de grains entre les bords et le centre pourrait, à nouveau, être une conséquence du cisaillement introduit par les rouleaux du laminoir. En effet, il existe plus d'énergie stockée dans ces zones après LAC, ce qui accélère la recristallisation et permet ensuite la croissance des grains, ce qui n'est pas encore le cas au centre.

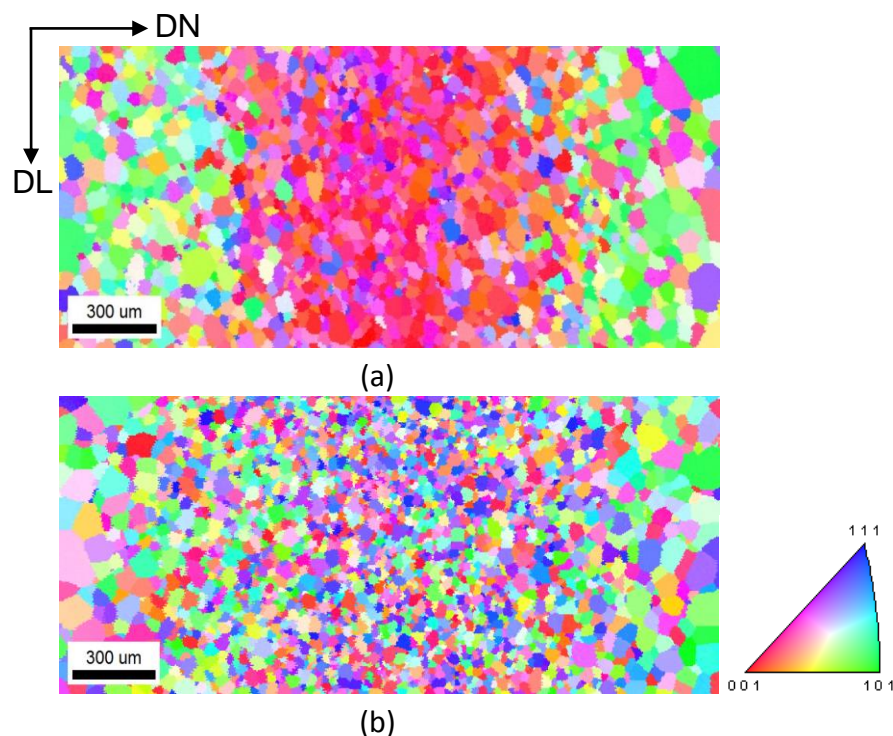


Figure III.49 : Microstructure des deux échantillons (a) XW235 et (b) JH517, après le premier recuit R1 à 930°C pendant 1h.
Distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

Au contraire, la texture des deux échantillons est radicalement différente. On observe une texture quasi isotrope dans toute l'épaisseur de la tôle JH517, tandis que celle issue du LAC XW235 présente une texture très hétérogène. En effet, le centre de la tôle est caractérisé

par un renforcement de la Cube tournée tandis que sur les bords la composante de Goss est majoritaire (Figure III.50).

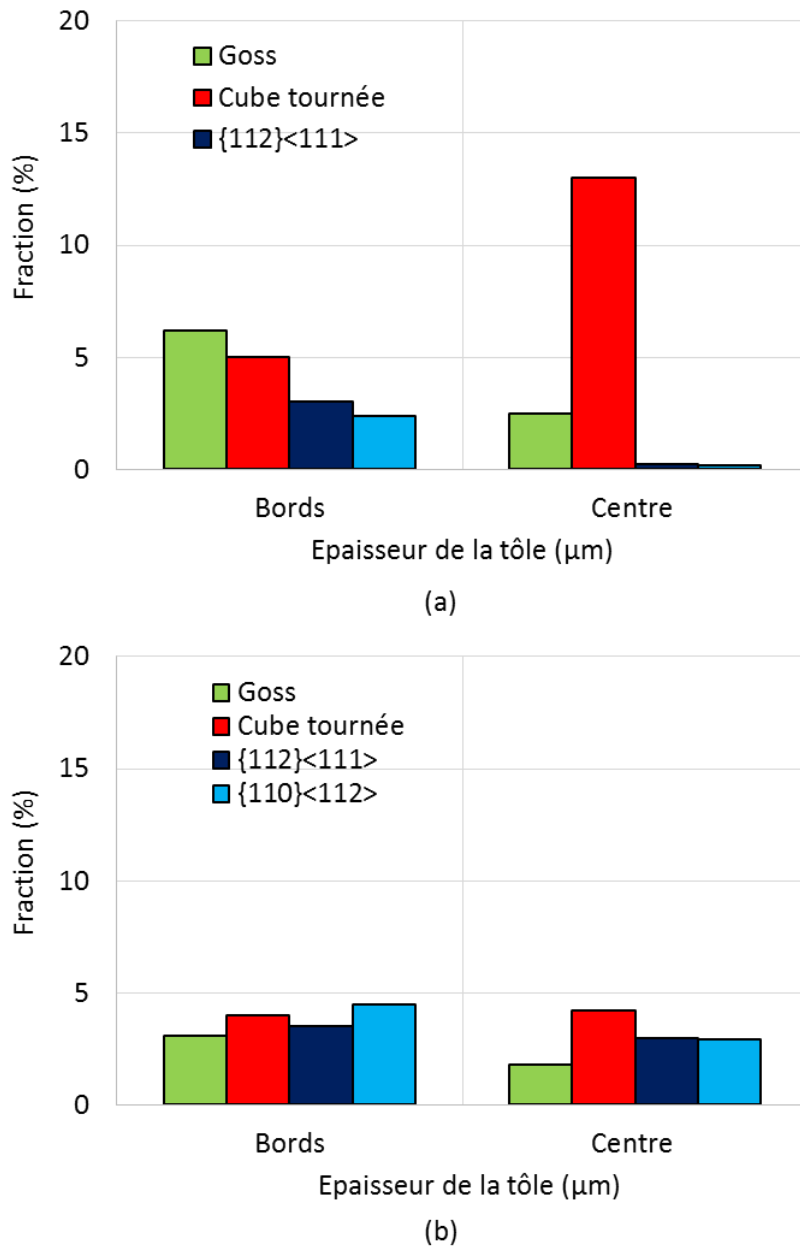


Figure III.50 : Evolution de la fraction des principales orientations cristallographiques dans l'épaisseur des tôles après le premier recuit R1. (a) XW235, (b) JH517.

III.2.1.2.2.d Premier laminage de 70% de réduction d'épaisseur

Après le premier laminage à froid de 70% (LAF 1), les microstructures des deux échantillons sont similaires (Figure III.51). Elles sont caractérisées par des grains allongés parallèlement à la direction de laminage. L'échantillon issu du LAC XW235 présente respectivement des tailles moyennes de 280μm et de 80μm, dans les directions DL et DT, tandis que l'échantillon issu du LAC JH517 montre une taille de 200μm selon DL et de 50μm

selon DT. Le matériau XW235 possède une microstructure composée majoritairement de grains $\{111\}\langle 112\rangle$ qui sont faiblement désorientés entre eux (Figure III.52). Au contraire, le matériau JH517 présente deux composantes principales $\{111\}\langle 112\rangle$ et Cube tournée. De fait, il apparaît deux populations de joints de grains : des joints faiblement désorientés entre les grains d'orientations proches et des joints fortement désorientés entre les grains des deux classes d'orientations. Cette différence pourrait être responsable de la différence d'acuité de la composante de Goss en fin de gamme (très présente dans le XW235). Ces distributions de désorientation sont très différentes de celle de MacKenzie pour un matériau isotrope.

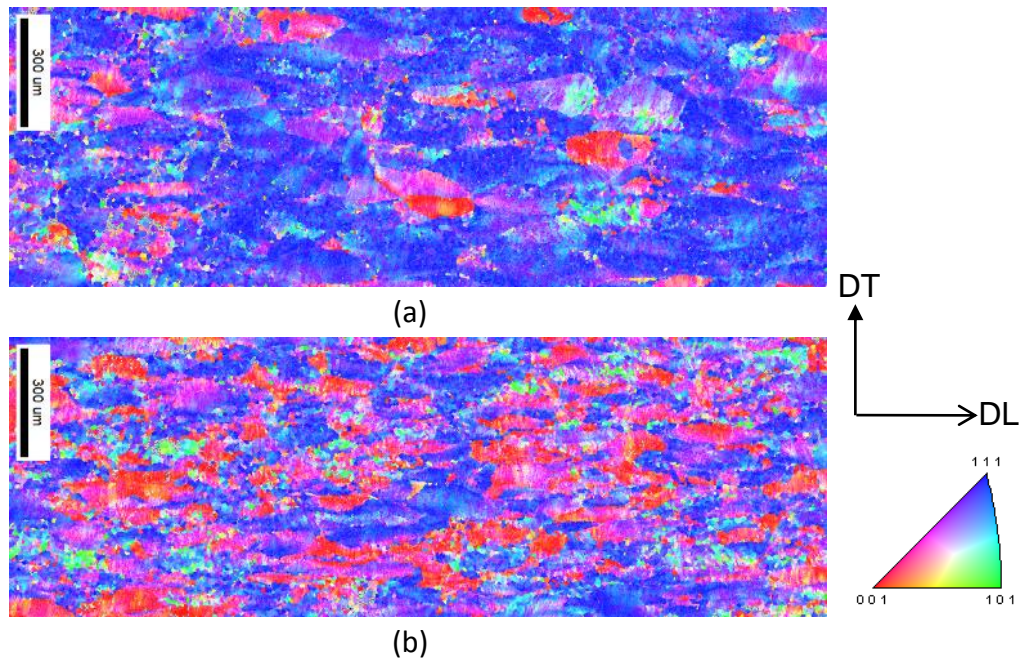


Figure III.51 : Microstructure des tôles (a) XW235 et (b) JH517, après le premier laminage à froid de 70%. Distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

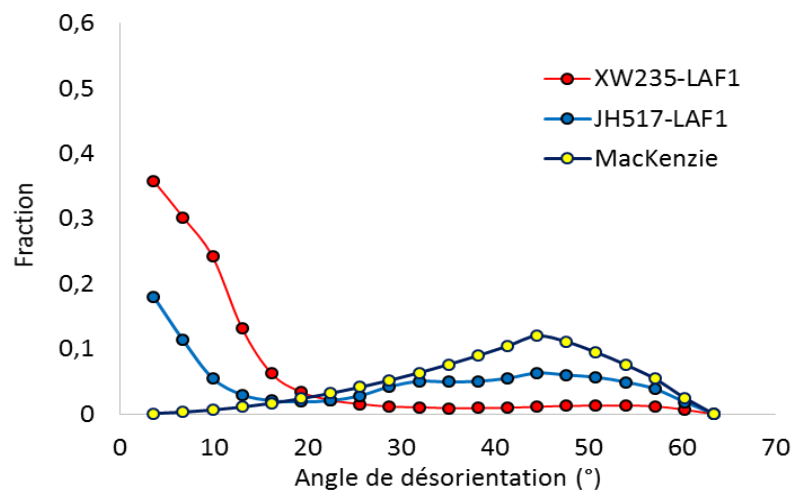


Figure III.52: Distribution de l'angle de désorientation dans les microstructures du LAF1 des tôles XW235 et JH517. Comparaison avec une distribution obtenue pour un matériau isotrope (Distribution de MacKenzie).

III.2.1.2.2.e Recuit R2

Le recuit intermédiaire (R2) entre les deux laminages à froid permet de développer des microstructures recristallisées, caractérisées par une prédominance de grains de Goss, faiblement désorientés entre eux ($\theta \leq 15^\circ$). Les deux tôles issues des LAC XW235 et JH517 sont caractérisées par une taille de grains moyenne de 180 μm .

III.2.1.2.2.f Second laminage à froid de 70% de réduction d'épaisseur

Le second laminage à froid (LAF2) permet d'avoir une microstructure composée de grains allongés dans la direction de laminage, avec une taille d'environ 700 μm dans la direction DL et 200 μm dans la direction DT (Figure III.53). L'échantillon LAF2 issu du LAC XW235 présente une microstructure composée principalement de grains d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$, tandis que pour le JH517, il présente deux populations de grains déformés, des grains $\{111\}\langle 112\rangle$ et des grains orientés Cube tournée. De plus, dans les deux laminés à froid, une autre population de grains (ou de sous-grains) d'orientation de Goss est observée. Cette orientation de Goss est observée dans les grains déformés $\{111\}\langle 112\rangle$, comme cela sera discuté en détails par la suite. Les distributions de la désorientation des joints de grains pour les deux échantillons du LAF2, sont montrées sur la figure III.54 et sont comparées à la distribution d'un matériau isotrope. Ce second laminage à froid permet de développer plus de grains $\{111\}\langle 112\rangle$ que le premier et donc une plus grande fraction de faibles désorientations.

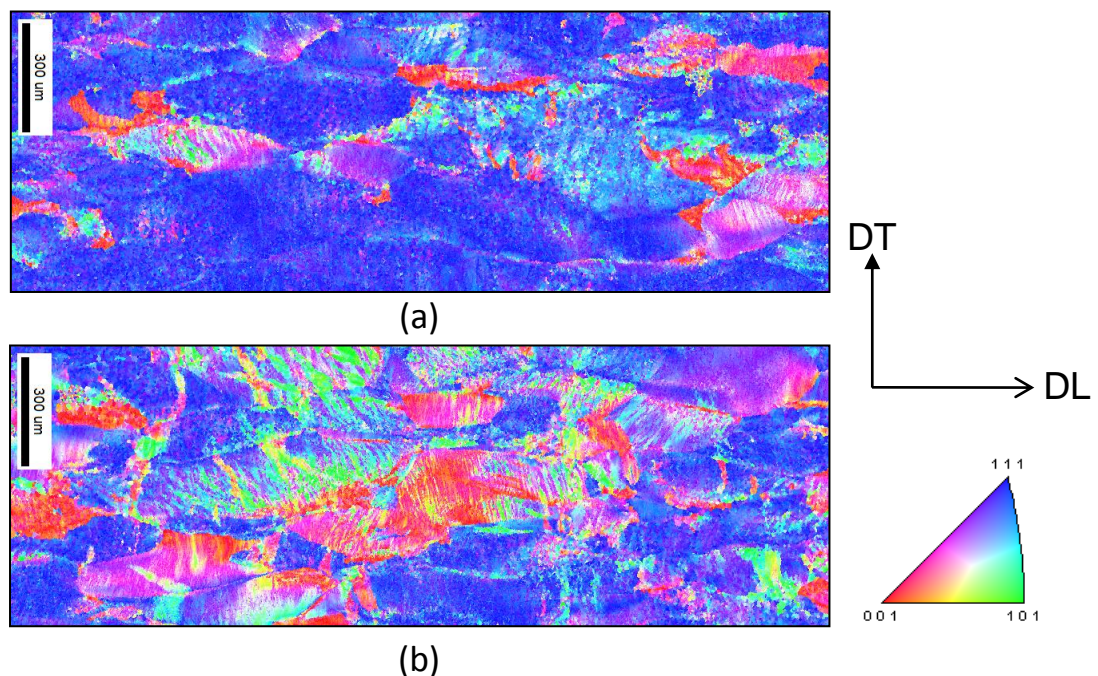


Figure III.53 : Microstructure des tôles (a) XW235 et (b) JH517 après le LAF2.
Distribution des plans $\{hkl\}$ // (DL, DT).

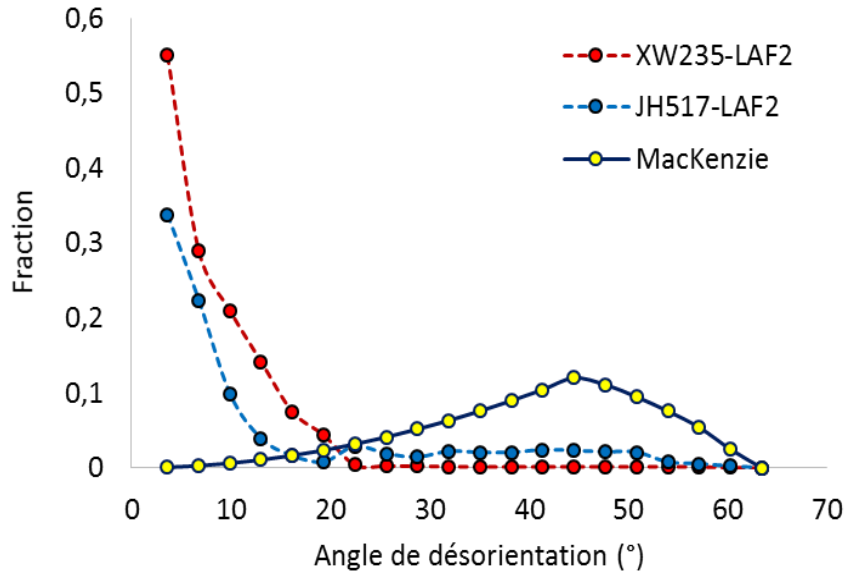


Figure III.54 : Distributions de l'angle de désorientation dans les microstructures du LAF2 des tôles XW235 et JH517. Comparaison avec une distribution obtenue pour un matériau isotrope (Distribution de MacKenzie).

III.2.1.2.2.g Recuits finaux

Les trois derniers recuits finaux R3, R4 et R5 permettent la recristallisation et la croissance normale des grains de Goss.

Résumé :

L'évolution de la microstructure de l'AFK1 au cours de la gamme thermo-mécanique présente deux étapes principales :

- *Après chaque recuit, la microstructure est principalement composée de grains de Goss.*
- *Après chaque laminage à froid, la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ est majoritaire.*
- *Contrairement aux alliages de Fe-Si, pour lesquels la texture de Goss se développe par recristallisation secondaire (croissance anormale), pour l'AFK1, compte tenu de la gamme de fabrication mise en œuvre, elle se développe par recristallisation primaire puis croissance normale.*

III.2.1.3 Origine de la texture de Goss

La figure III.55 montre l'évolution de la fraction des principales composantes de la texture au cours des traitements thermomécaniques du LAC XW235. On observe deux types de pic : un pic correspondant à la fraction de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$, qui se développe après chaque déformation à froid (22% au LAF1 et 28% au LAF2) et un pic correspondant à la fraction de la Goss, qui se développe après chaque recuit (36% pour le recuit R2, 41% pour R3, 48% pour R4 et 60% pour R5).

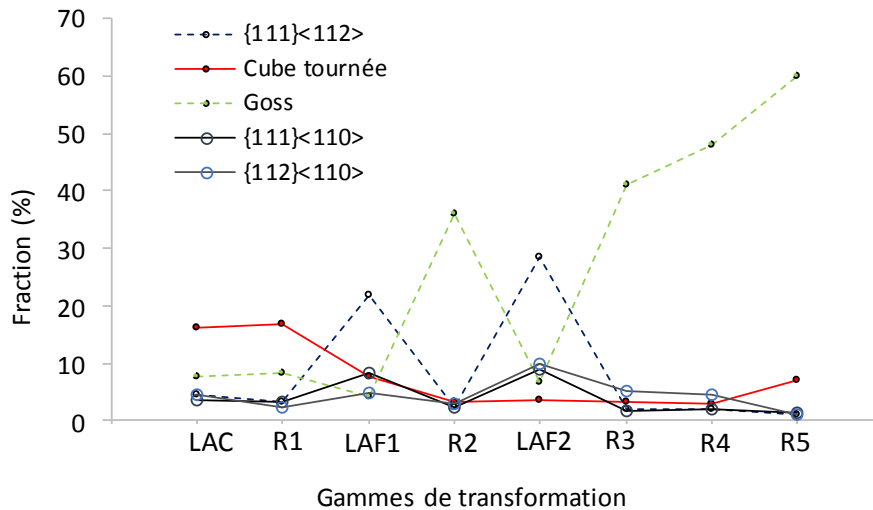


Figure III.55 : Evolution de la fraction des composantes de texture au cours de la gamme de transformation du LAC XW235.

Afin de vérifier si la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est responsable du développement de la texture de Goss du recuit final, nous avons étudié l'évolution de l'induction magnétique d'échantillons R5 issus de différents laminés à chaud en fonction de la fraction de cette composante de laminage à froid (Figure III.56). Rappelons que l'induction magnétique augmente avec la fraction de la composante de Goss.

Malgré la faible variation des fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ entre les différentes gammes de transformation après le LAF2, on remarque que l'induction magnétique suit exactement la même évolution. Cela confirme donc que l'induction, et donc la fraction de Goss du recuit finale, dépend de la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ du second laminage à froid.

En conséquence, si on veut augmenter la fraction de Goss finale, il reste à comprendre comment se développe la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ durant les laminages à froid, afin de l'optimiser.

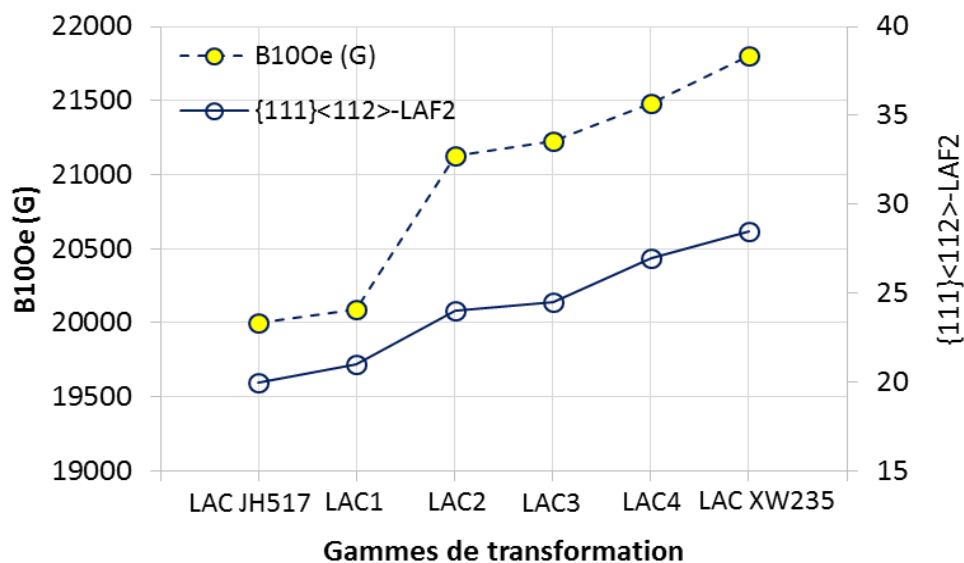


Figure III.56 : Evolutions de la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ après le second laminage à froid et de l'induction magnétique finale (B100e) pour différents laminés à chaud.

Par ailleurs, les évolutions de la texture et de la microstructure des deux laminés à chaud XW235 et JH517, au cours du processus thermomécanique, ont montré une différence radicale après le premier recuit R1. En effet, après ce recuit, une texture hétérogène dans l'épaisseur de la tôle, composée de la texture de Goss sur les bords et de la Cube tournée dans l'épaisseur, développe une fraction plus élevée de $\{111\}\langle 112\rangle$ lors du laminage à froid ultérieur. Au contraire, une texture isotrope développe moins de composante $\{111\}\langle 112\rangle$. Donc, l'origine de la texture de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$ est liée à la présence des orientations de Goss et Cube tournée et, dans une moindre mesure, à celle d'autres composantes mineures présentes dans la partie aléatoire de la texture du recuit R1.

Afin de vérifier laquelle (ou lesquelles) des composantes du recuit R1 est responsable (ou sont responsables) du développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, nous avons suivi la formation de la texture des LAF1 et 2 en modifiant la texture initiale. Ceci a été possible en rectifiant la tôle XW235 issue du R1, afin de conserver uniquement la partie centrale, riche en Cube tournée et sans Goss, et en faisant subir à l'échantillon ainsi obtenu la gamme thermomécanique complète. L'objectif est de vérifier l'effet de la Cube tournée sur le développement de la $\{111\}\langle 112\rangle$, sachant par ailleurs que la Goss y contribue largement, comme nous le verrons par la suite.

III.2.1.3.1 Origine de la texture de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$

La figure III.57 présente l'évolution des fractions de Goss, de Cube tournée après les recuits R1 et R2, et de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ après LAF1 et LAF2, en fonction de l'épaisseur rectifiée de part et d'autre de la tôle. La figure III.57 (a) montre qu'après 500 μ m de rectification, la fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ du LAF 1 diminue de 22% à 16%. Cette baisse est associée à celle de la fraction de la composante de Goss du recuit R1. Cette évolution laisse donc penser que la texture de Goss du premier recuit est une origine pour le développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ lors du laminage à froid. Cela est en accord avec des études de la littérature sur l'origine de la texture de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$ de l'alliage Fe-Si [Mis84, Dor06-07, Gua08].

Après 750 μ m de rectification et disparition totale de la texture de Goss (centre de la tôle), nous observons une augmentation de la fraction de la $\{111\}\langle 112\rangle$ du LAF1, qui passe de 16% à 18%. Ainsi, cela laisse supposer que la Cube tournée, composante majoritaire dans le centre de la tôle, contribue aussi au développement de la $\{111\}\langle 112\rangle$. La diminution de la fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ du LAF1 après 500 μ m de rectification, malgré l'augmentation de la fraction de la Cube tournée est due principalement à l'abaissement de la fraction de Goss du R1. Cette composante de recuit (Goss) est donc plus favorable pour le développement de l'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ au laminage à froid que la Cube tournée. Cela sera discuté en détails dans la suite du travail.

De même, l'évolution de la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ du LAF2 en fonction de la rectification (Figure III.57 (b)), montre qu'elle dépend de l'évolution de la fraction de Goss du recuit R2. La légère augmentation de la Cube tournée du R2 peut éventuellement contribuer légèrement à la fraction globale de $\{111\}\langle 112\rangle$ du LAF2.

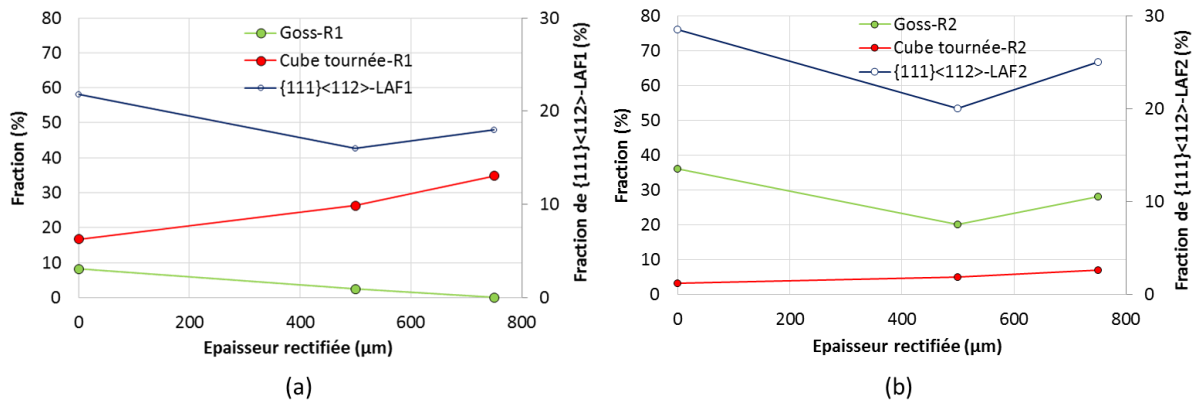


Figure III.57 : Tôle XW235 - Evolution des fractions de Cube tournée, de Goss et de $\{111\}\langle 112 \rangle$ après (a) R1 et LAF1 et (b) R2 et LAF2, en fonction de l'épaisseur rectifiée. L'épaisseur de la tôle non rectifiée est de $2500\mu\text{m}$.

En conséquence, à partir des figures III. 57 (a) et (b), nous pouvons conclure que la Goss du recuit R1 permet de développer la composante de déformation $\{111\}\langle 112 \rangle$. De plus, grâce à l'échantillon fortement rectifié ($750\mu\text{m}$ de rectification), nous concluons que la Cube tournée contribue également au développement de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$.

L'évolution de la texture au cours du processus thermomécanique (du premier recuit R1 au 3^{ème} recuit R3), après rectification de $750\mu\text{m}$ est montrée sur la figure III.58.

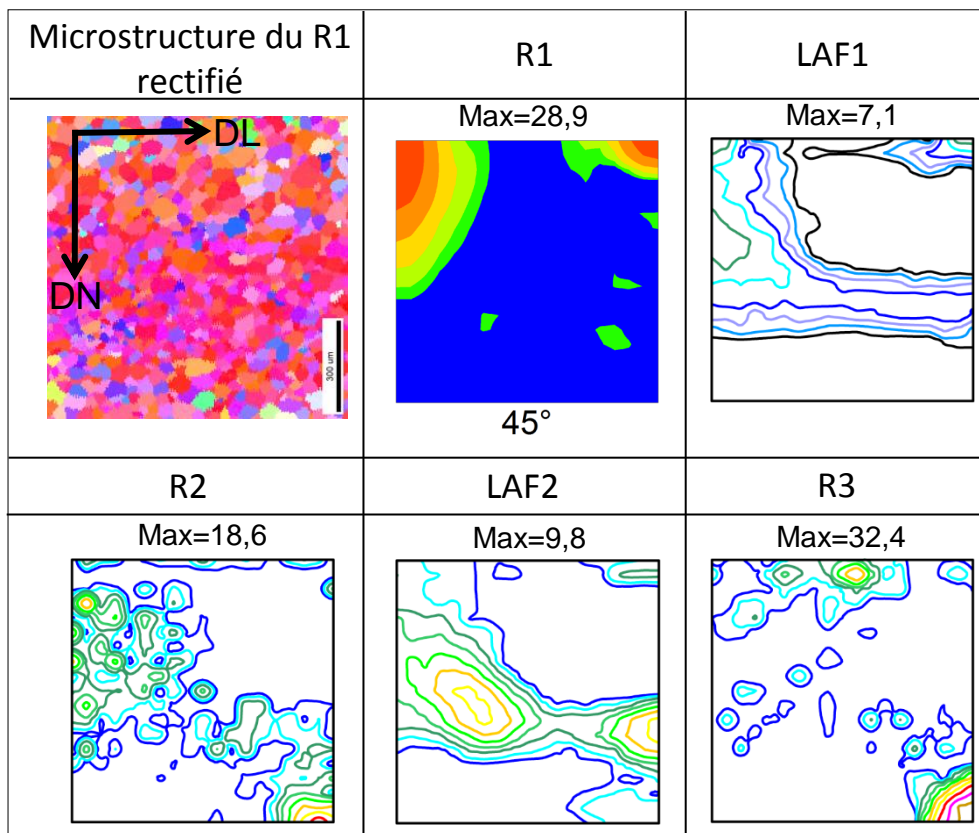


Figure III.58 : Evolution de la texture au cours du processus thermomécanique, après une rectification de $750\mu\text{m}$ d'épaisseur du recuit R1 issu du matériau XW235.

En partant d'une texture renforcée autour de la Cube tournée (Fraction de Cube tournée = 35%), la texture suit le même comportement que celui de la gamme initiale (sans rectification). Ainsi, après le premier laminage à froid, la texture est composée des fibres α et γ , avec notamment 18% de fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$. Après le deuxième recuit R2, la texture est caractérisée par un renforcement autour de la composante de Goss, avec une fraction de 28%. Le second laminage à froid permet de développer une texture renforcée autour de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, avec une fraction de 25%. Il s'en suit un développement d'une texture accusée autour de l'orientation de Goss au recuit R3, qui présente une fraction de 33%.

Afin de vérifier si d'autres composantes du recuit initiale (R1 ou R2) développent la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ au cours des LAF1 et 2, nous avons comparé les fractions de cette dernière composante pour différentes textures initiales et notamment une texture aléatoire. Les échantillons R1 et R2 sélectionnés pour ce bilan, accompagnés de leurs fractions de Goss et de Cube tournée, sont listés dans le tableau III.6.

Tableau III.6 : Fractions des composantes de Goss et Cube tournée pour une sélection de quatre textures expérimentales initiales.

| Echantillon | Fraction de Goss (%) | Fraction de Cube tournée (%) |
|--|----------------------|------------------------------|
| R1 JH517 (Aléatoire) | 4 | 9 |
| R1 XW235 (Goss + Cube tournée) | 8 | 17 |
| R2 XW235 (Goss) | 36 | 3 |
| R1 XW235 rectifié (750 μ m) (Cube tournée) | 0 | 35 |

Les résultats de fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ obtenus à partir de ces différentes textures initiales, sont montrés sur la figure III.59.

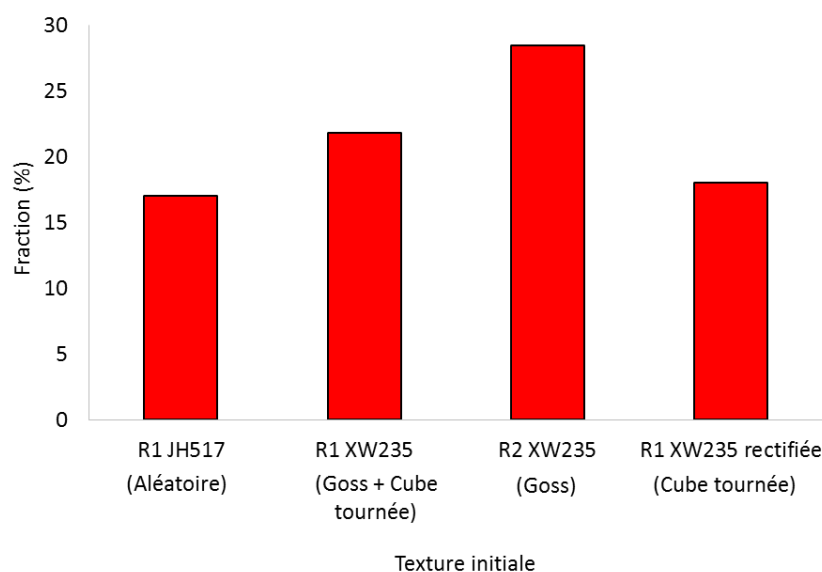


Figure III.59 : Evolution de la fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ en fonction de la texture du recuit initiale.

On remarque que quand la texture initiale est accusée autour de l'orientation de Goss (R2 XW235), la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est maximale et de l'ordre de 28%. Le fait de remplacer la Goss par la Cube tournée (R1XW235 rectifié) diminue la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ qui passe à 18%. On note que l'aléatoire contribue aussi à la formation de la $\{111\}\langle 112\rangle$ dans les mêmes proportions que la Cube tournée.

Résumé

Le développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, caractéristique de la déformation plastique de l'AFK1, compte tenu du process thermomécanique mis en place, a pour origine la texture de Goss, la Cube tournée ainsi que des composantes de la texture aléatoire.

Nous avons identifié l'origine de la composante de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$, cependant, les mécanismes mis en jeu restent à déterminer. C'est pourquoi, nous allons faire une étude détaillée des systèmes de glissement activés lors de la déformation plastique.

III.2.1.3.2 Mécanisme de développement de la composante de déformation $\{111\}\langle 112\rangle$

Une identification des systèmes de glissement activés a été menée. Pour ce faire, nous avons utilisé la méthode décrite au paragraphe II.2.6.2.

III.2.1.3.2.a Identification expérimentale des angles α et β par EBSD

Après un laminage à froid de 70% de réduction d'épaisseur, les grains $\{111\}\langle 112\rangle$ présentent des traces de glissement (Figures III.59 et III.60). Elles correspondent aux traces de plans de glissement majoritairement activés [Bar07]. Notons que les mesures des angles α et β ont été faites sur une partition de points appartenant seulement aux grains d'orientations $\{111\}\langle 112\rangle$, c'est-à-dire, les orientations équivalentes : $(111)[1-21]$ et $(111)[-1-12]$. Les valeurs mesurées des angles α et β , qui correspondent aux angles que font les traces de glissement avec les directions de sollicitations, sont les suivantes:

- $73^\circ \pm 5^\circ$ et $90^\circ \pm 5^\circ$ pour l'angle α (Figure III.60).
- $60 \pm 5^\circ$ pour l'angle β (Figure III.61).

Notons qu'il s'agit de valeurs absolues moyennes. On remarque en effet que la non-linéarité des traces de plans de glissement dans le plan de laminage (DL, DT).

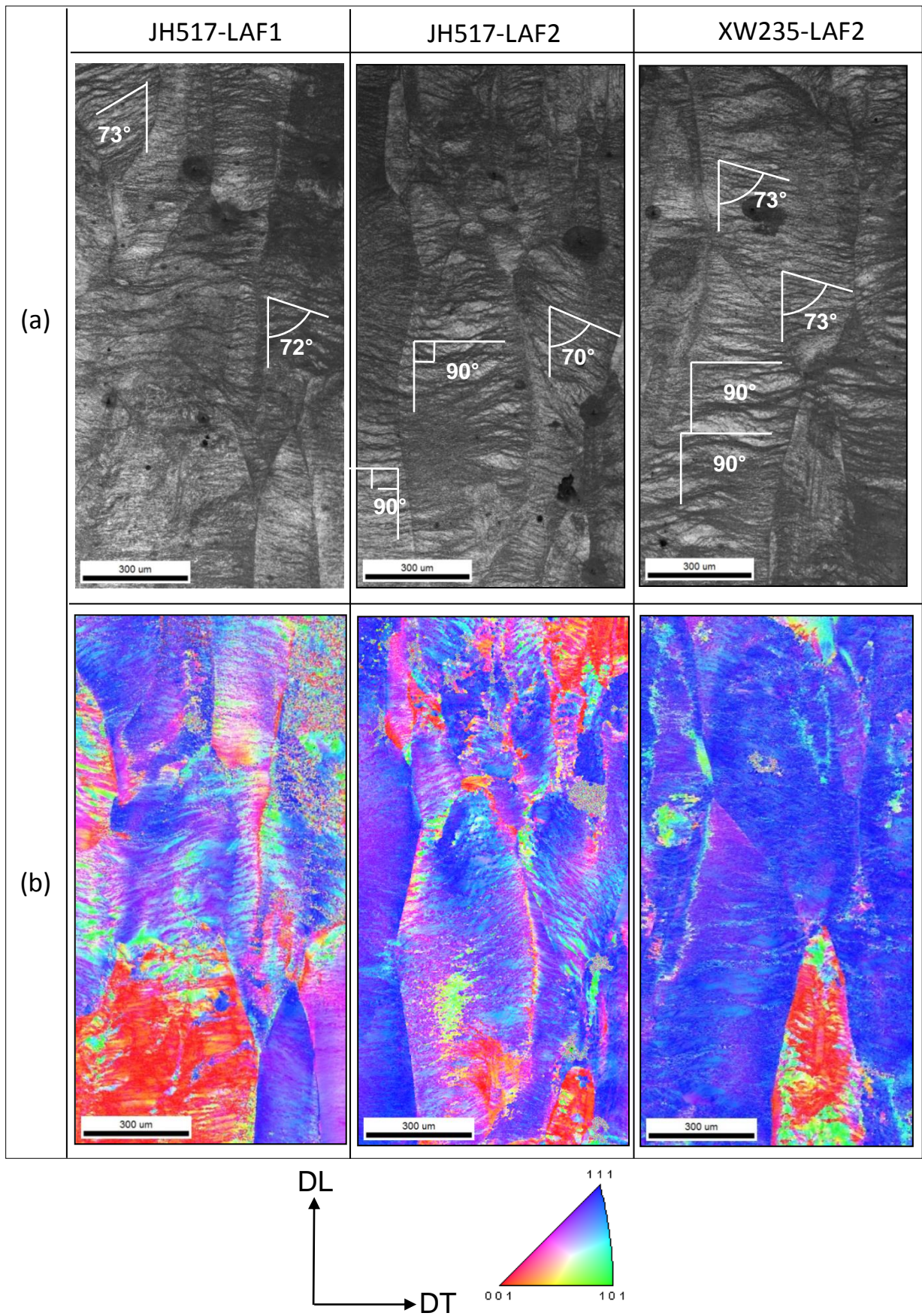


Figure III.60 : Mesure de l'angle α dans le plan de laminage (DL, DT) de la microstructure déformée de l'AFK1. (a) Distribution des IQ et (b) distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

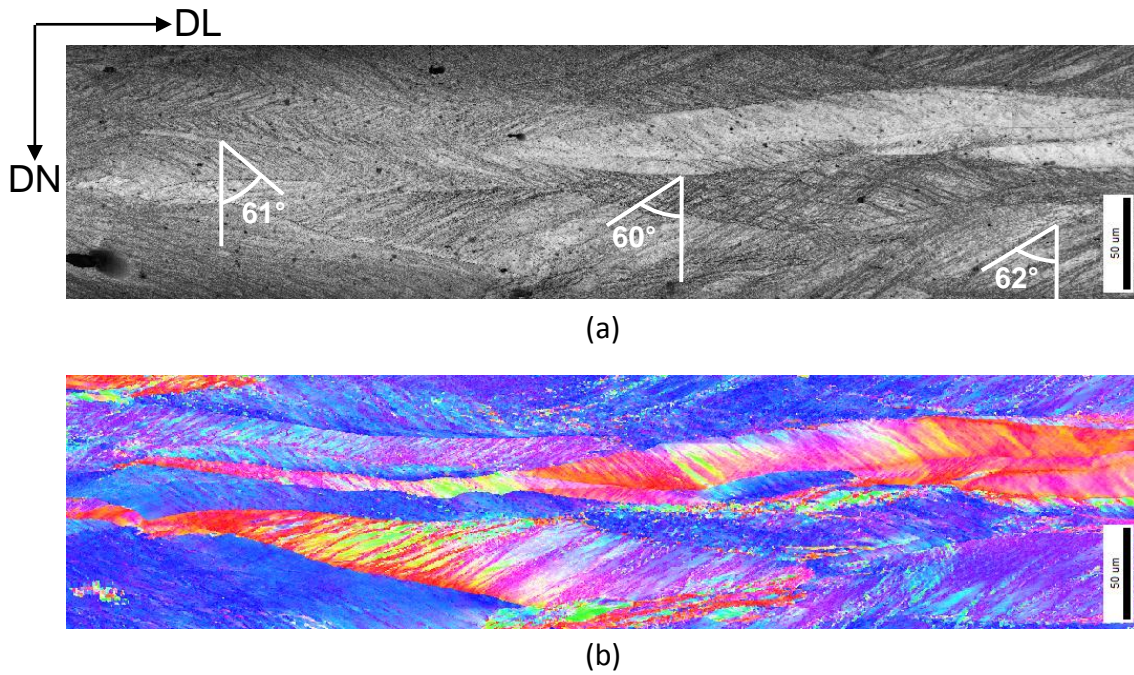


Figure III.61 : Mesure de l'angle β dans le plan (DL, DN) de la microstructure déformée de l'AFK1 JH517 LAF2. (a) Distribution des IQ et (b) distribution des plans $\{hkl\} // (DL, DT)$.

III.2.1.3.2.b Calcul des angles α et β pour les différents systèmes de glissement possibles

A partir des équations II.8, II.9 et II.10, nous avons calculé les angles α et β pour les trois systèmes de glissement d'un matériau CC : $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{123\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$. Ces résultats sont alors comparés aux valeurs obtenues expérimentalement (Figure III.62).

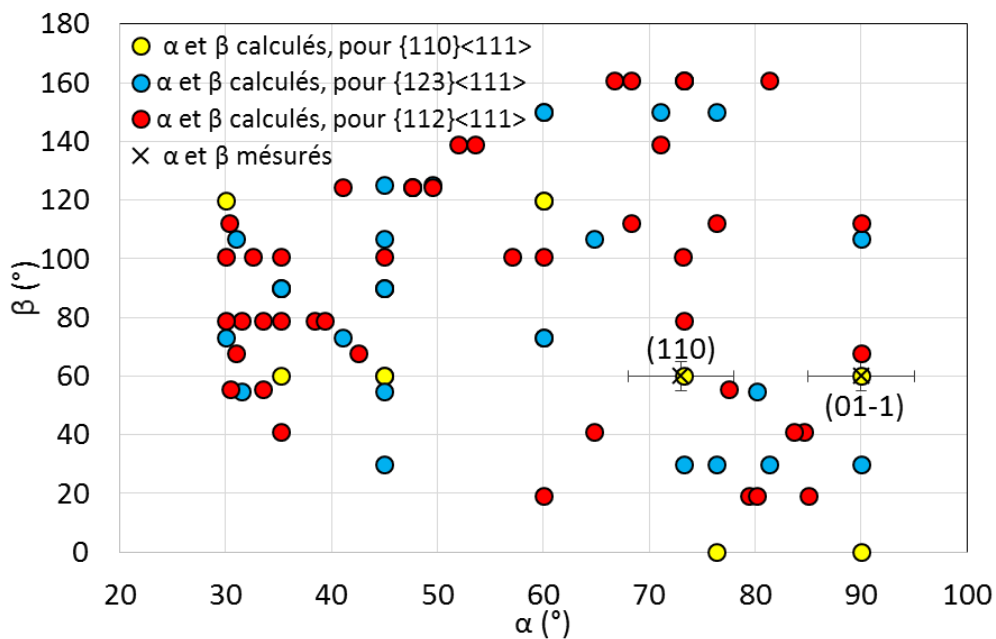


Figure III.62 : Comparaison des angles α et β mesurés et calculés.

Les valeurs expérimentales se confondent avec deux points des calculs. Ces points correspondent aux deux plans de glissement possibles (110) et (01-1). A partir du tableau I.5

(paragraphe I.3.4), il y a donc quatre systèmes de glissement activés : $(110)[1-11]$, $(110)[-111]$, $(01-1)[111]$ et $(01-1)[-111]$.

Résumé

A partir de la comparaison des résultats expérimentaux et calculés, nous trouvons que le système de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ est activé dans l'alliage Fe-27%Co lors du laminage à froid de 70%. La non-linéarité des traces de glissement dans le plan (DL, DT) peut être expliquée par l'effet des autres systèmes de glissement, qui peuvent être activés mais qui présentent une activité mineure par rapport au système $\{110\}\langle 111 \rangle$. Donc, nous pouvons supposer que le système $\{110\}\langle 111 \rangle$ est le système de glissement activé majoritairement durant la déformation plastique de l'AFK1.

Nous allons maintenant tenter de valider ces résultats, à l'aide du modèle VPSC, en simulant les textures de déformation. Les simulations sont utilisées d'une part, pour déterminer les composantes de texture qui sont à l'origine de la texture de déformation $\{111\}\langle 112 \rangle$ et d'autre part, pour identifier les systèmes de glissement activés pendant la déformation plastique.

III.2.1.3.2.c Simulation de la texture de déformation et identification des systèmes de glissement activés à l'aide du modèle VPSC

Les principales variables, introduites dans le modèle VPSC (Paragraphe II.2.6.1), sont les composantes de la texture initiale et leur fraction, ainsi que les systèmes de glissement activés. Plusieurs combinaisons possibles de composantes de textures initiales ont été testées et pour chaque calcul, toutes les combinaisons possibles de systèmes de glissement ont été introduites dans le modèle. Les résultats de la simulation (Figure III.63) sont en accord avec les résultats expérimentaux. En effet, une texture de déformation renforcée autour de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ se développe à partir d'une texture initiale composée soit de la Cube tournée, soit de la Goss ou encore d'une texture aléatoire. En outre, cela se produit seulement lorsque le système de glissement activé est $\{110\}\langle 111 \rangle$.

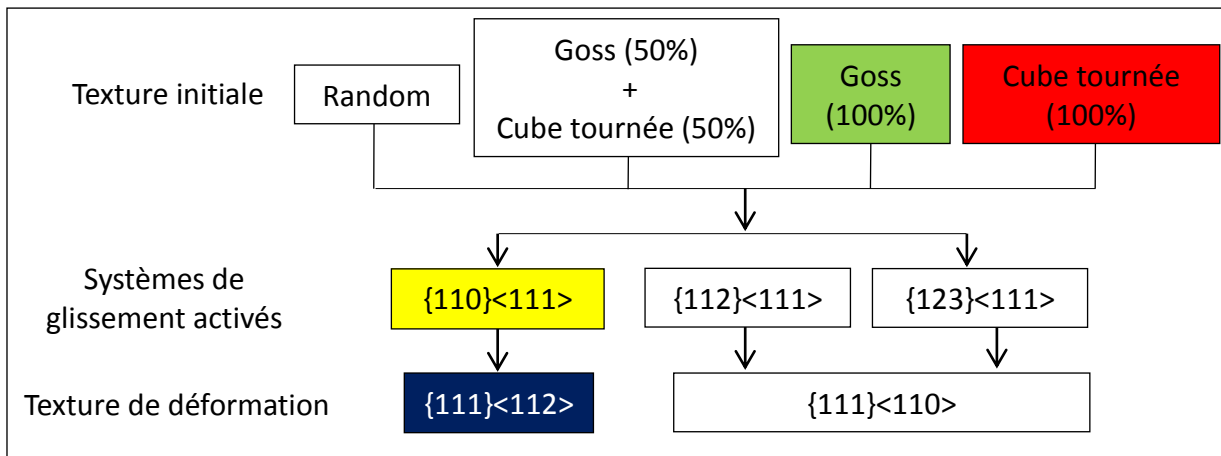


Figure III.63 : Evolution de la texture de déformation d'un matériau CC laminé de 70% en fonction de la texture initiale et des systèmes de glissement pris en compte dans le modèle VPSC.

Les simulations ont montré que quelle que soit la texture initiale, la texture de déformation est caractérisée par un renforcement autour de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, quand le système de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ est activé. Au contraire, quand ce dernier est inactif, et donc que les deux autres systèmes sont activés, nous avons trouvé que la texture de déformation est renforcée autour de la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ et développe peu de $\{111\}\langle 112\rangle$. Comme les textures expérimentales ne présentent pas de $\{111\}\langle 110\rangle$, on peut conclure que le système $\{110\}\langle 111\rangle$ est majoritairement activé. Ce résultat est en accord avec l'identification expérimentale du système de glissement majoritaire. Cependant, il est probable que les deux autres systèmes aient une légère activité pour le développement de la $\{111\}\langle 112\rangle$, ce qui expliquerait la non-linéarité des traces de plans de glissement.

Résumé

Pendant la déformation à froid de l'alliage Fe-27%Co, la Goss, la Cube tournée et la texture aléatoire tournent vers la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. Cela se fait par le biais de l'activation du système de glissement majoritaire $\{110\}\langle 111\rangle$.

Dans ces conditions, la simulation de la fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ de la texture de déformation en fonction de la texture initiale confirme les résultats expérimentaux (Figure III.64). En effet, quand la texture de Goss est présente dans la texture initiale (100% de Goss ou 50% Goss et 50% de Cube tournée), la texture de déformation est caractérisée par une forte fraction de l'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ (respectivement 46% et 37%). Au contraire, quand la texture initiale est isotrope ou composée de la Cube tournée, la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est plus faible, respectivement 31% et 32%.

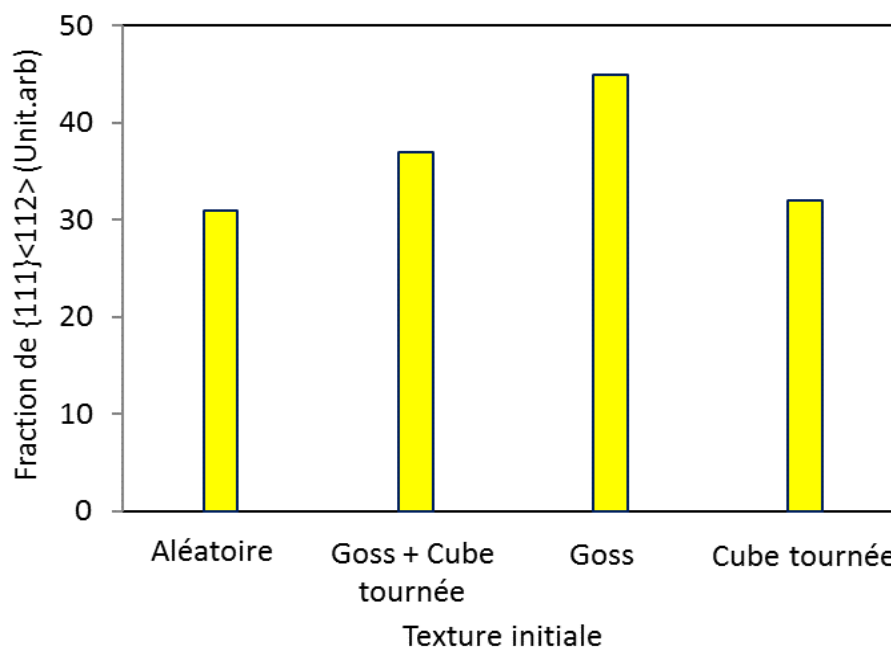


Figure III.64 : Evolution de la fraction de composante $\{111\}\langle 112\rangle$ en fonction de la texture initiale, simulée par le modèle VPSC.

Résumé :

La composante de Goss de la texture initiale développe la plus grande fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ après laminage à froid.

Jusqu'à présent, nous avons trouvé que chacune des textures initiales de Goss, Cube tournée ou aléatoire permet le développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ après déformation à froid. Cela se fait par le biais du glissement des dislocations selon le système $\{110\}\langle 111\rangle$. La texture aléatoire donne autant de $\{111\}\langle 112\rangle$ que la Cube tournée.

Afin de quantifier plus précisément la contribution de chaque composante de la texture initiale sur la texture de déformation, nous avons calculé les fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ simulées par le modèle VPSC. Les résultats sont présentés dans le tableau III.7 pour les textures initiales 100% de Goss et 100% Cube tournée. On obtient respectivement des fractions de 46% et de 32% et des facteurs (« poids ») de 0,46 et de 0,32.

Tableau III.7 : Fractions et contribution des orientations Goss et Cube tournée de la texture initiale.

| Texture initiale | Fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ | Facteur |
|-------------------|---|---------|
| 100% Goss | 46 | 0,46 |
| 100% Cube tournée | 32 | 0,32 |

Pour déterminer la contribution de la partie aléatoire, hors Cube tournée et Goss, on ne peut pas utiliser la simulation à partir d'une texture initialement isotrope. Nous avons donc procédé comme suit : la texture expérimentale R1 JH517 (« **Aléatoire** ») est composée de 87% d'aléatoire, 4% de Goss et 9% de Cube tournée. Connaissant le « poids » de la Goss et de la Cube tournée (Tableau III.7) et la valeur expérimentale de $\{111\}\langle 112\rangle$ formée (Tableau III.8), il est alors possible d'en déduire la contribution de la partie aléatoire sur la formation de cette composante $\{111\}\langle 112\rangle$.

Tableau III.8 : Fractions des composantes principales des textures initiales et fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ obtenues expérimentalement et recalculées.

| Texture initiale | Goss (%) | Cube tournée (%) | Partie aléatoire (%) | $\{111\}\langle 112\rangle$ Expérimentale (%) | $\{111\}\langle 112\rangle$ Recalculée (%) |
|---|----------|------------------|----------------------|---|--|
| R1 JH517 (Aléatoire) | 4 | 9 | 87 | 17 | 18 |
| R1 XW235 (Goss + Cube tournée) | 8 | 17 | 75 | 22 | 21 |
| R2 XW235 (Goss) | 36 | 3 | 61 | 28 | 23,6 |
| R1 XW235 rectifié (750 μ m) (Cube tournée) | 0 | 35 | 65 | 18 | 22 |

Un ajustement de la contribution de la partie aléatoire à partir des différentes textures initiales permet d'obtenir une valeur d'environ $15\% \pm 2\%$. Connaissant cette valeur (facteur de

0,15), les fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ peuvent alors être recalculées et comparées aux valeurs expérimentales (Figure III.65).

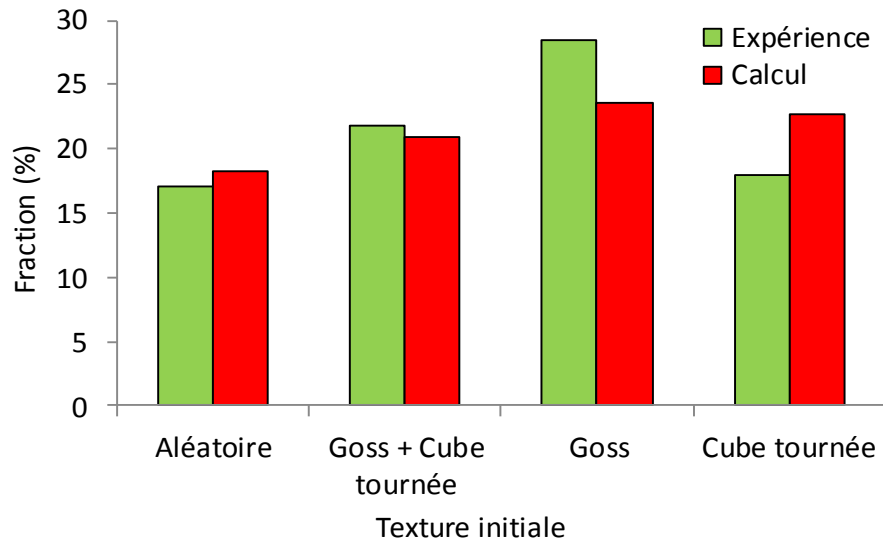


Figure III.65 : Comparaison entre les fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ obtenues expérimentalement et celles calculées.

Les trois contributions ainsi identifiées permettent de calculer les fractions de $\{111\}\langle 112\rangle$ des LAF1 et 2 pour différentes épaisseurs rectifiées (Figure III.66). On note une très bonne adéquation entre le calcul et l'expérience.

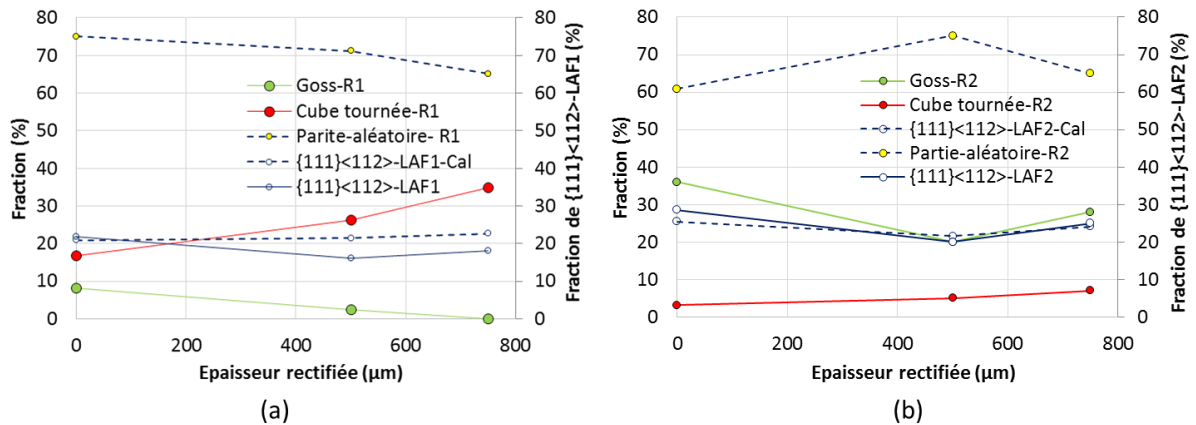
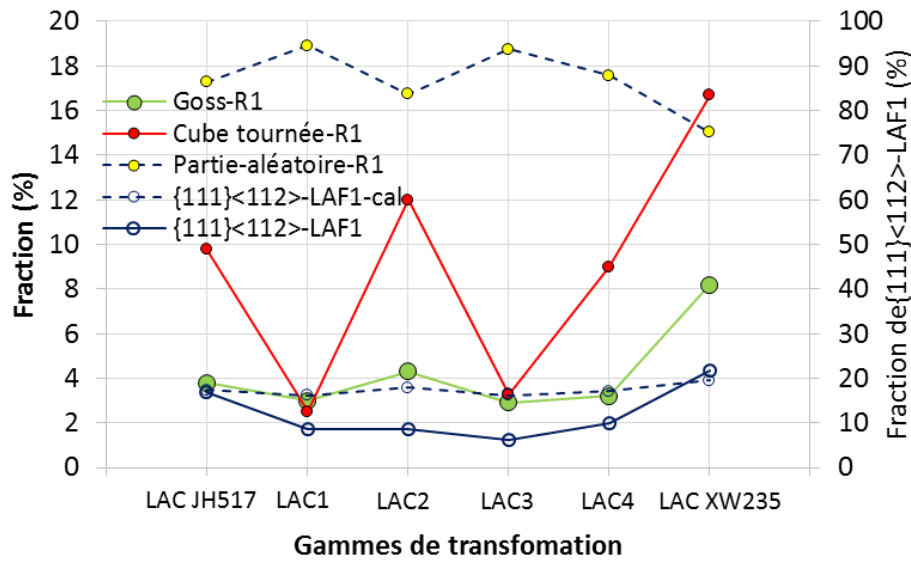


Figure III.66 : Tôle XW235 - Comparaison de l'évolution de la fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ recalculée, avec celle obtenue expérimentalement, en fonction de l'épaisseur rectifiée. (a) LAF1 et (b) LAF2.

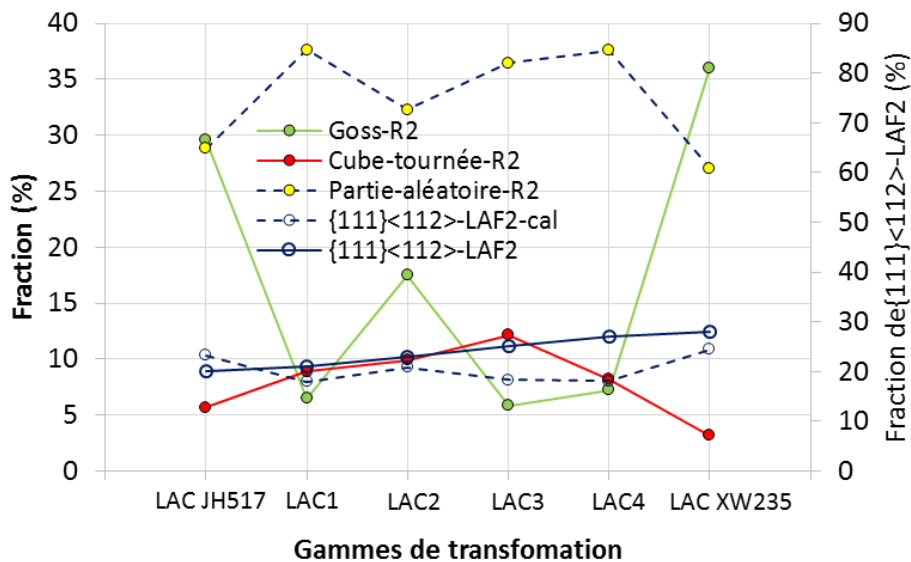
Les fractions des composantes de texture des recuits R1 et R2 sont également décrites.

De même, cette procédure de calcul a été utilisée pour les échantillons laminés à froid issus de plusieurs laminés à chaud. Les résultats sont montrés sur la figure III.67. Nous constatons que les courbes recalculées et expérimentales montrent des évolutions similaires en termes de fraction de $\{111\}\langle 112\rangle$ après le LAF1 (Figure III.67 a) et le LAF2 (Figure III.67 b)

bien que certains écarts subsistent. Ceux-ci peuvent être attribués aux poids de différentes composantes et notamment à celui de l'aléatoire.



(a)



(b)

Figure III.67 : Comparaison de l'évolution de la fraction de $\{111\}\langle 112 \rangle$ recalculée avec celle obtenue expérimentalement, pour différents laminés à chaud. (a) LAF1 et (b) LAF2.

Les fractions des composantes de texture des recuits R1 et R2 sont également décrites.

Résumé

- Les contributions de la Goss et de la Cube tournée sont importantes vis-à-vis du développement de la $\{111\}\langle 112 \rangle$ lors du laminage à froid.
- La contribution de la Goss est supérieure (46%) à celle de la Cube tournée (32%).
- En plus de la Cube tournée et de la Goss du recuit initiale, d'autres composantes de la texture aléatoire contribuent (à hauteur d'environ 15%) au développement de la $\{111\}\langle 112 \rangle$.

Afin d'accuser les composantes de Goss et Cube tournée (qui améliorent au final les propriétés magnétiques) du recuit R1, il faut étudier la formation de la texture du recuit R1 en fonction des textures de l'état forgé et des états laminés à chaud.

III.2.1.3.3 Origine de la texture de Goss et de la Cube tournée au premier recuit

Nous disposons de plusieurs échantillons laminés à chaud (LAC 1 à 4) qui ont été élaborés afin de reproduire, autant que faire se peut, la gamme XW235. La figure III.68 montre l'évolution de la texture du premier recuit pour ces différents laminés à chaud. Les échantillons sont classés dans l'ordre croissant de la fraction de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ formée au cours du LAF2, sachant que cette dernière varie dans le même sens que les propriétés magnétiques. Nous remarquons qu'à l'exception de la fibre γ du LAC, qui disparaît après le recuit R1, la texture des premiers recuits est globalement similaire à celle des laminés à chaud. Les deux laminés à chaud (LAC JH517) et (LAC 1) sont caractérisés par des textures quasi aléatoires qui le restent après le premier recuit. Pour les autres échantillons (LAC 2, LAC 3, LAC 4 et LAC XW235), le développement de la Goss et de la Cube tournée au cours du premier recuit est associé à la présence de ces deux orientations dans les états laminés à chaud. Donc, l'origine de la texture du premier recuit est intimement liée à celle développée lors du laminage à chaud.

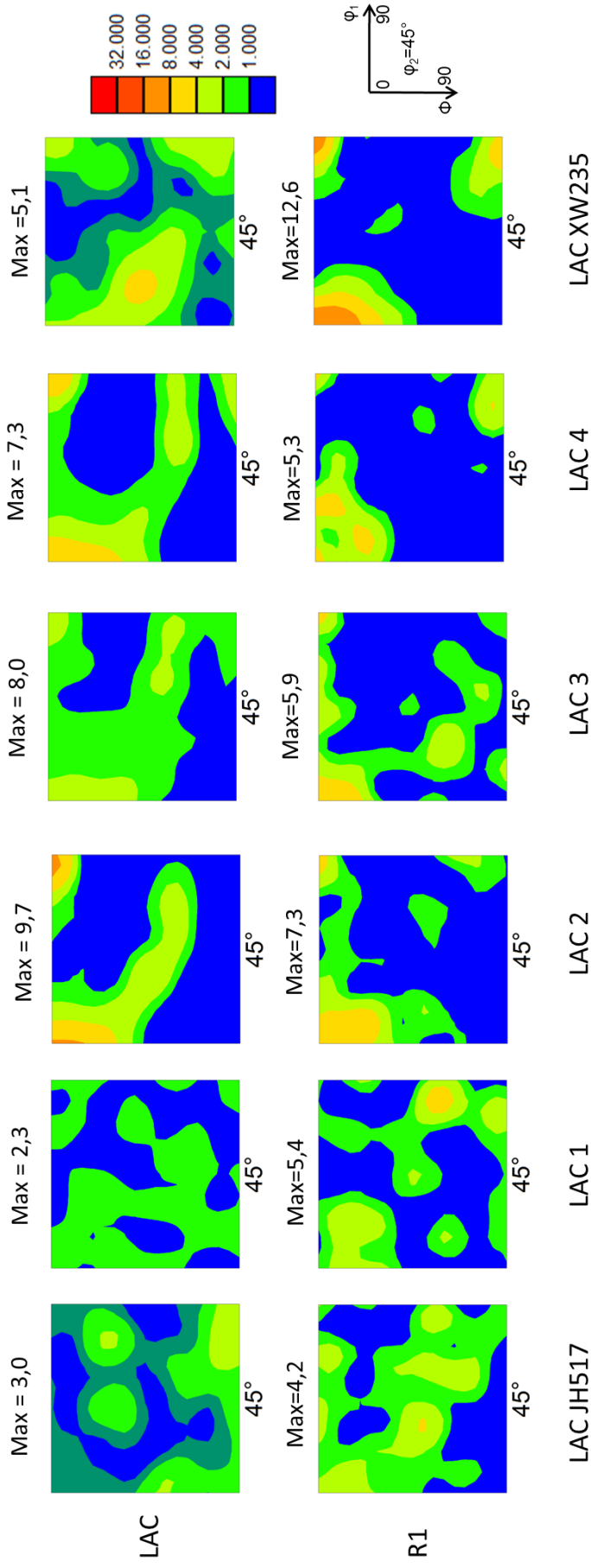


Figure III.68 : Evolution de la texture (EBSD) après le premier recuit R1 en fonction de la texture du laminé à chaud.

Résumé

L'origine de la Goss et de la Cube tournée développées lors du premier recuit est liée à leur présence après laminage à chaud.

III.2.2.3.4 Hérité de la texture du recuit R1 dans l'épaisseur des tôles

Nous avons trouvé que le premier recuit du LAC XW235 présente une texture hétérogène dans l'épaisseur de la tôle. Le centre est renforcé en Cube tournée avec une fraction de 16%, tandis que les bords sont texturés Goss, avec une fraction de 7,6%. En parallèle, la texture globale du recuit R1 a été reliée à l'hérité de la texture du laminage à chaud. Sur la figure III.69, nous comparons l'évolution de la microstructure dans l'épaisseur des quatre laminés à chaud (LAC1, LAC2, LAC3 et LAC4), dont on connaît les paramètres de laminage. Les tôles présentent différentes microstructures en fonction des paramètres de laminage appliqués (température de départ, taux de réduction, températures initiale et finale de laminage ainsi que le nombre de laminages à chaud et le nombre de passes de laminage).

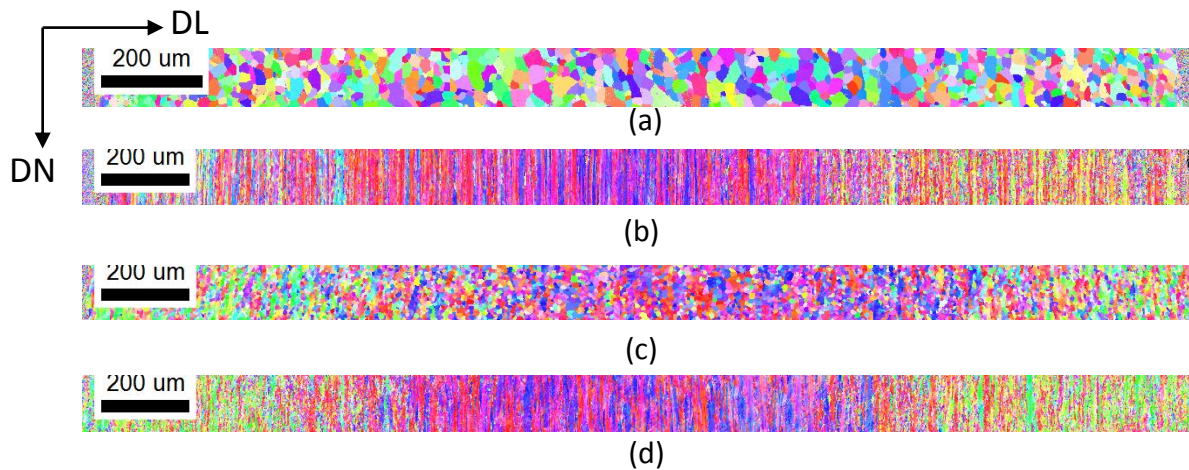


Figure III.69 : Evolution de la microstructure et de la texture dans l'épaisseur des tôles laminé à chaud. (a) LAC1, (b) LAC2, (c) LAC3 et (d) LAC4.

L'évolution de la texture du LAC au R1 des quatre laminés à chaud, dans l'épaisseur des tôles (bords et centre) est présentée sur la Figure III.70. A l'exception de la tôle issue du laminage à chaud LAC1, qui présente une texture quasi aléatoire, globalement quels que soient les paramètres de laminage à chaud, le centre des tôles (LAC et R1) est caractérisé principalement par un renforcement de la Cube tournée, alors que les bords sont caractérisés par un renforcement de la Goss et de la Cube tournée. Cela confirme que la texture du R1 est héritée du LAC et ceci dans toute l'épaisseur de la tôle.

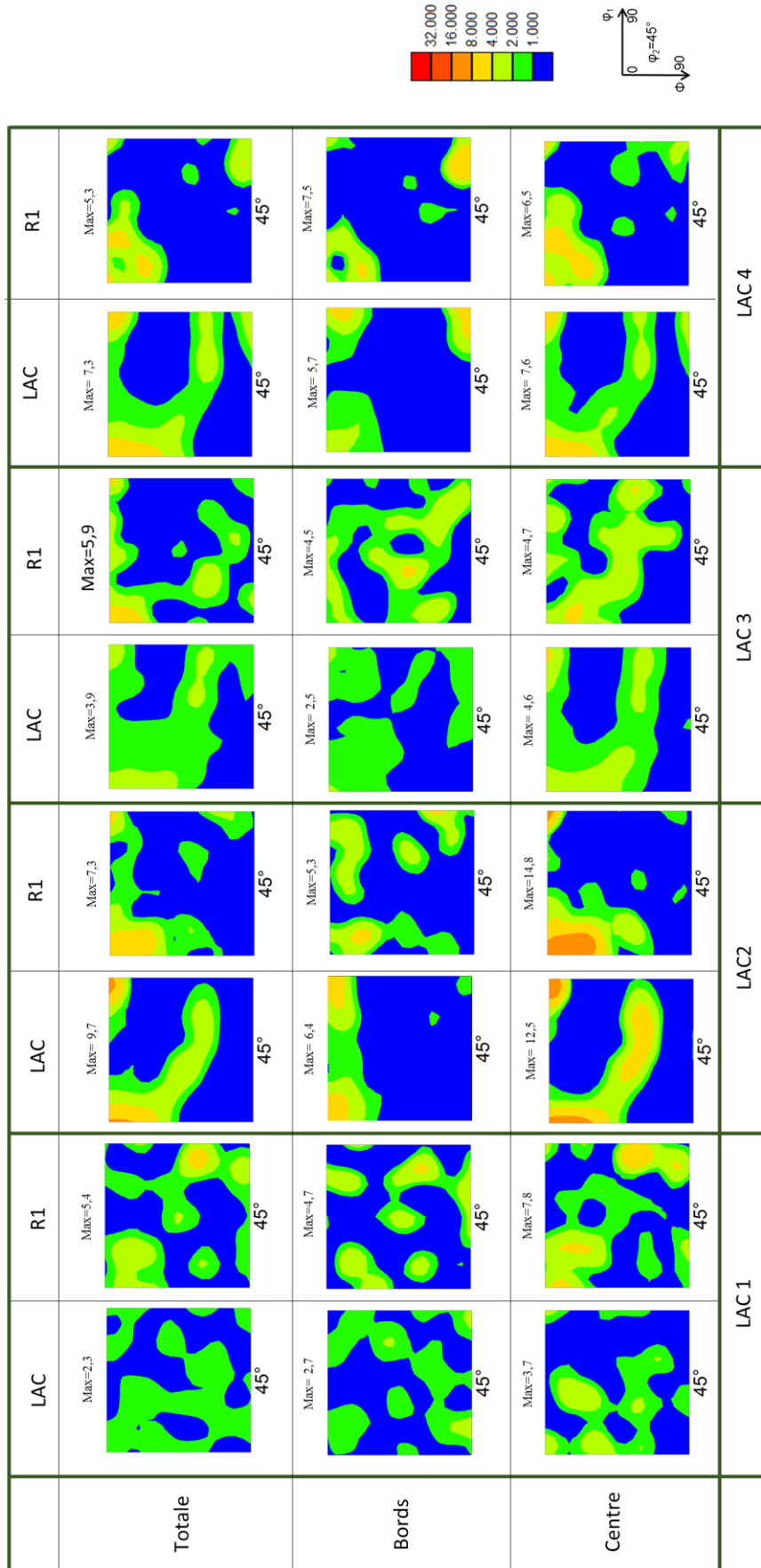


Figure III.70 : Evolution de la texture dans l'épaisseur de plusieurs tôles laminées à chaud et recuites (R1).

Résumé

La texture des bords et du centre du recuit R1 est directement associée à la texture des bords et du centre du laminé à chaud.

Il est maintenant nécessaire de déterminer l'origine de ces deux composantes dans le laminé à chaud en fonction des paramètres de laminage. En effet, comme l'état forgé présente une texture quasi isotrope (Figure III.43 (a)), le développement des composantes du recuit R1 ne commence que lors du laminage à chaud. L'influence des paramètres de laminage sera discutée dans le chapitre suivant.

III.2.2 Discussion

III.2.2.1 Origine de la texture de Goss

La formation de la texture de Goss dans l'alliage Fe-3%Si à grains orientés, se fait par recristallisation primaire et secondaire (appelée aussi croissance anormale). En revanche, dans le cas de l'alliage Fe-27%Co, elle est obtenue par recristallisation primaire et croissance normale. Il a été montré dans la littérature sur les alliages Fe-Si qu'au cours du laminage à froid, la composante de Goss tourne autour de l'axe $\langle 110 \rangle // DT$ pour donner la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ [Dor07, Dun53, Mis84]. Lors de la recristallisation primaire, la Goss présente dans les bandes de cisaillement de la $\{111\}\langle 112 \rangle$ se développe aux dépens de cette composante [Cru08].

La présente étude confirme ces évolutions pour l'alliage Fe-27%Co et de plus il ressort que cette texture de Goss trouve également indirectement son origine dans la Cube tournée et d'autres composantes de la partie aléatoire du laminé à chaud.

Par ailleurs, il a été montré que lorsque le laminé à chaud possède une texture de Goss, cette dernière a une acuité beaucoup plus importante après recristallisation que lorsque la Goss est minoritaire après déformation à chaud.

III.2.2.1.1 Développement des composantes de laminage à chaud

Quels que soient les paramètres de laminage à chaud, la tôle d'AFK1 développe principalement de la Goss sur les bords, de la Cube tournée et de la texture aléatoire au centre de la tôle. Mishra et al. [Mis84] ont déjà observé cette hétérogénéité de la texture et l'ont expliqué par le fait que la Cube tournée est caractéristique de la texture du laminage à chaud des matériaux CC, tandis que la Goss, présente sur les bords de la tôle, est caractéristique d'une texture de cisaillement.

Cette hétérogénéité de texture est donc liée à la fois à la déformation de pur laminage à chaud et au cisaillement induit lors de ce laminage. Elle dépend principalement :

- de la texture initiale à la fin du maintien en température donc juste avant la déformation à chaud.
- du taux de réduction en épaisseur,
- des températures initiale et finale de laminage à chaud,
- du nombre de passes de laminage,

1- Effet de la texture après maintien en température

Deux échantillons laminés à chaud, LAC3 et LAC4, présentant des valeurs d'induction différentes (voir Figure III. 41) et des paramètres de laminage proches, ont été choisis afin d'étudier l'effet de la texture après maintien en température. En effet, il n'y a qu'un seul laminage à chaud et le taux de réduction est le même, seule le domaine de température de laminage varie. Le LAC3 est laminé dans le domaine austénitique alors que le LAC4 est laminé dans le domaine ferritique. Au préalable, nous avons vérifié qu'après un maintien en température dans le domaine ferritique ou austénitique les microstructures sont similaires et les textures sont quasi isotropes (Figure III.71).

Ainsi, la température de maintien ne peut pas être responsable de la différence d'intensité de Goss mesurée dans les deux laminés à chaud.

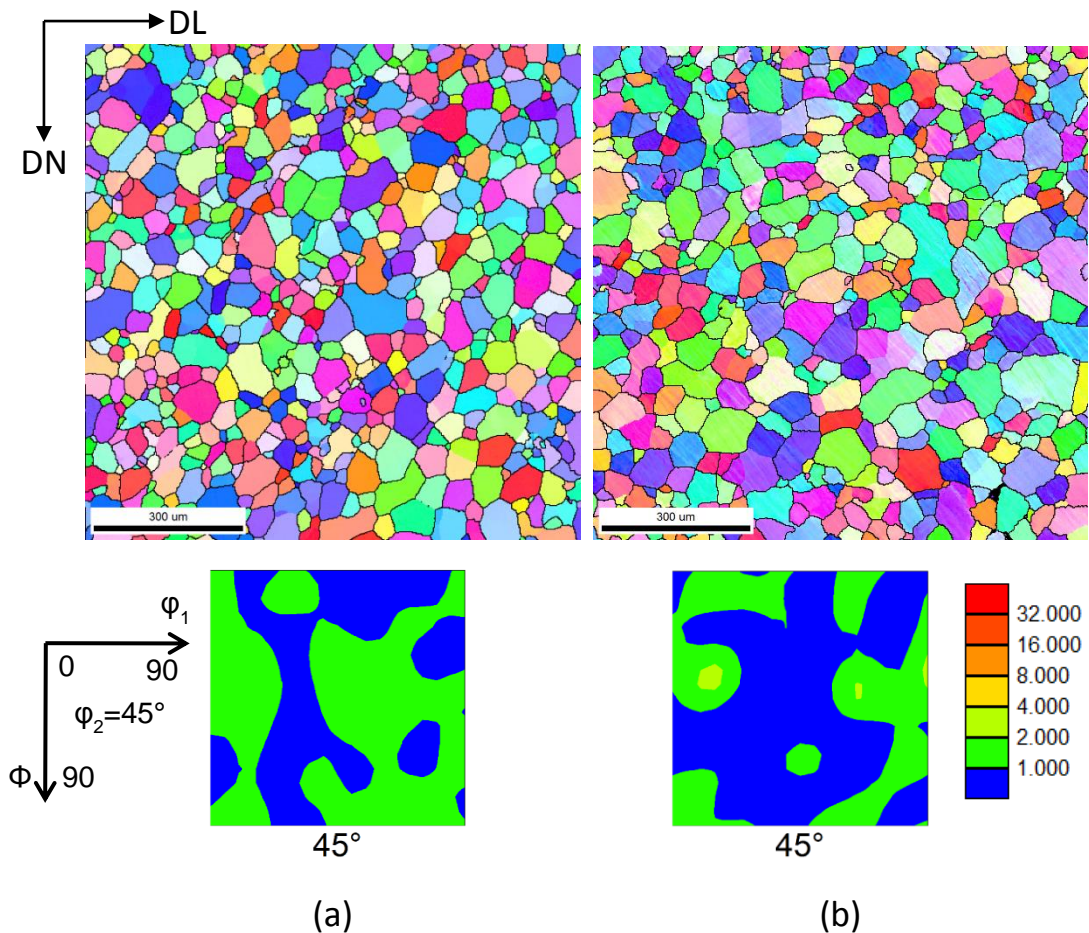


Figure III.71 : Evolution de la microstructure et de la texture d'échantillons recuits pendant 3h à (a) 920°C et (b) 1100°C.

2- Effet du taux de déformation

Afin d'étudier l'effet du taux de déformation à chaud, nous avons choisi de comparer deux échantillons laminés à chaud, LAC2 et LAC4, qui présentent des microstructures très déformée (pas ou peu de recristallisation dynamique (voir Figure III.69)). En première approximation, elles peuvent être assimilées à des microstructures de déformation à froid. En conséquence, pour étudier l'effet du taux de déformation sur le développement de la texture, nous avons réalisé des simulations (modèle VPSC) de textures de laminage pour des taux de

déformation de 50% et de 90%. Ces simulations ont été faites à partir d'une texture aléatoire et en supposant que tous les systèmes de glissement pouvaient être activés (Figure III.72). Les résultats montrent un développement de la Cube tournée et de la fibre γ , qui présentent bien sûr des intensités plus élevées à 90% de réduction d'épaisseur qu'à 50%. Les calculs montrent que les trois systèmes de glissement développent notamment la Cube tournée. De plus, le système $\{110\}\langle 111 \rangle$ mène à l'orientation $\{111\}\langle 112 \rangle$, alors que les deux autres systèmes conduisent à un renforcement de l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$, l'association des trois permettant la construction de la fibre γ (la composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ devient majoritaire pour les fortes déformations). Par ailleurs, les études de Deng et al. [Den05] sur l'alliage Fe-49%Co-2%V, laminé de 93%, ont également montré une texture renforcée autour de la Cube tournée.

Nous pouvons donc conclure que le laminage permet le développement de la Cube tournée et de la fibre γ partielle, ces composantes présentant une plus forte intensité pour les plus forts taux de réduction. A ce stade, on ne rend pas compte de la présence de la Goss sur les bords de la tôle.

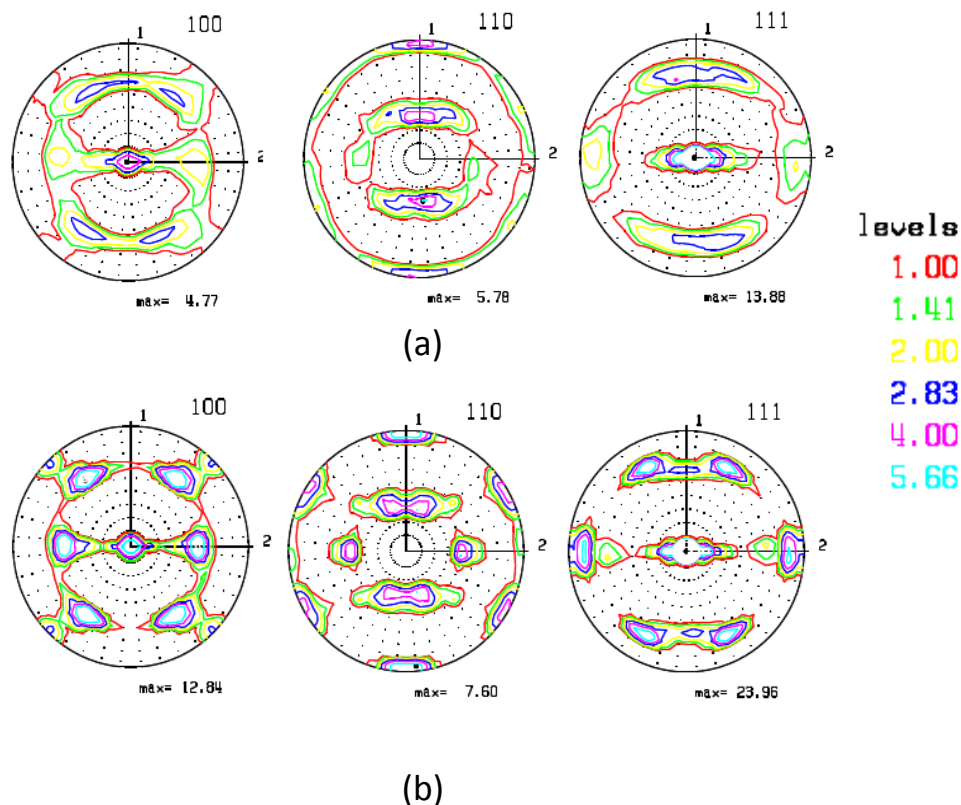


Figure III.72 : Evolution de la texture de laminage à froid à partir d'une texture initiale isotrope et après un taux de déformation de (a) 50% et (b) 90%. Simulations VPSC.

3- Effet de la température de laminage à chaud

En allant dans l'ordre croissant des propriétés magnétiques, la figure III.73 montre que les grains de Goss se rapprochent de plus en plus du centre de la tôle laminée à chaud. Toutefois, le centre de la tôle reste essentiellement constitué de Cube tournée.

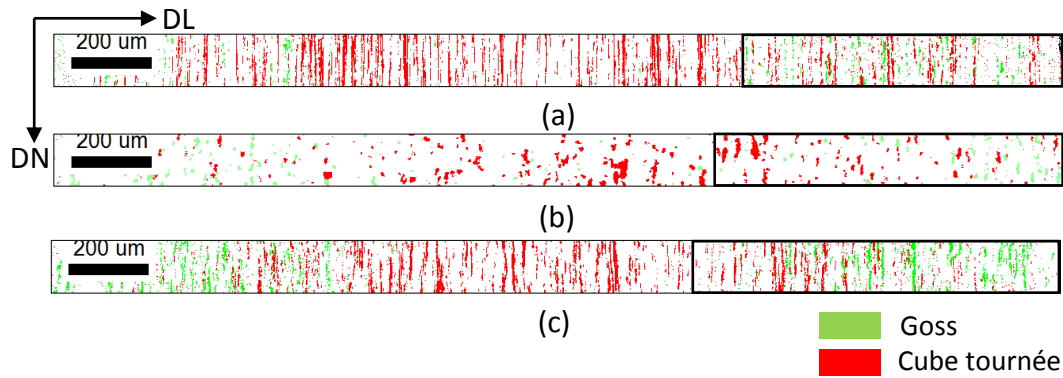


Figure III. 73 : Distribution des grains de Goss et Cube tournée dans l'épaisseur des tôles laminées à chaud. (a) LAC2, (b) LAC3 et (c) LAC4.

Ce développement de la composante de Goss dans l'épaisseur de la tôle peut être relié au taux de cisaillement lors du laminage. En effet, la simulation VPSC a permis de montrer qu'une texture aléatoire tend à tourner vers la Goss par cisaillement. Pour un nombre de LAC donné (ici un) et un taux de déformation constant, l'échantillon laminé dans le domaine ferritique (LAC4) subit probablement un taux de cisaillement plus élevé et donc développe plus de grains de Goss dans les zones en contact avec les rouleaux.

En parallèle, on peut supposer que pendant le laminage à chaud, le fort taux de déformation (compression plus cisaillement) au niveau des bords de la tôle, va engendrer la création de bandes de cisaillement. A l'intérieur de ces bandes, le cisaillement local va induire la création de germes (ou de sous-grains) de Goss [Dor07, Cru08] et par la suite, par recristallisation dynamique, ces sous-grains de Goss vont se développer dans la matrice aux dépens de la fibre γ [Cru08].

III.2.2.1.2 Développement des composantes du premier recuit

Il ressort de ce travail que la texture du recuit R1 est héritée de la texture du laminage à chaud, et plus particulièrement de l'hétérogénéité de texture dans l'épaisseur des tôles. Les intensités des deux composantes de Goss et Cube tournée du recuit R1 sont similaires à celles du laminé à chaud. Cela s'explique simplement par le fait que les deux composantes recristallisées dynamiquement au cours du laminage à chaud continuent de se développer pendant le premier recuit. La disparition de la fibre γ , présente surtout au centre des tôles laminées à chaud, après le premier recuit, peut s'expliquer à partir de considérations énergétiques. En effet, bien que l'énergie stockée des composantes après recristallisation dynamique ne soit pas complètement nulle, il apparaît que la composante Cube tournée stocke moins d'énergie que les deux composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ de la fibre γ (Figure III.74). Notons que les énergies stockées des deux dernières composantes ($\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$) sont quasiment identiques.

Cette différence d'énergie est estimée à partir du paramètre KAM. Ce dernier a été calculé entre chaque pixel et ses 2^{èmes} voisins (donc sur une distance de 2 fois le pas d'exploration, c'est-à-dire 1 μm) et en excluant les désorientations supérieures à 5°. De fait, au

cours du premier recuit, la Cube tournée se développe aux dépens des composantes de la fibre γ .

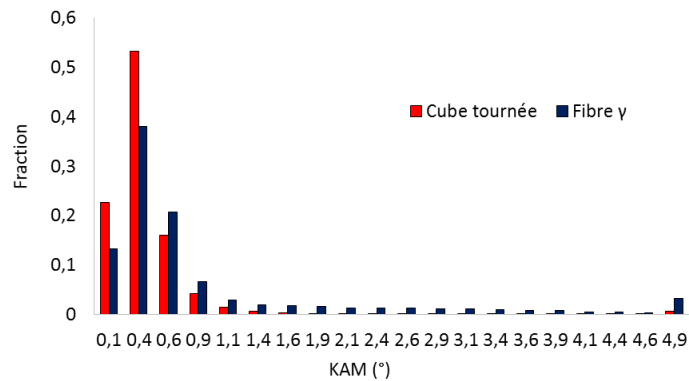


Figure. III.74 : Distribution du paramètre KAM pour les composantes de Cube tournée et $\{111\}\langle 112\rangle$.

III.2.2.2 Origine et développement de la texture de laminage à froid

Dans la présente étude, nous avons montré que la composante de déformation à froid $\{111\}\langle 112\rangle$ résulte de la rotation de la Goss, mais aussi de celle de la Cube tournée ainsi que d'autres composantes de la partie aléatoire de la texture du recuit initial (R1 ou R2). Ces rotations se font via l'activation des systèmes de glissement, le système activé majoritairement étant le système $\{110\}\langle 111\rangle$. En ce qui concerne l'identification des systèmes de glissement activés, les résultats de cette étude sont en accord avec beaucoup d'études de la littérature sur les matériaux CC et notamment avec l'étude de Yamaguchi et al. [Yam82], sur un monocristal de Fe-54%Co.

La rotation de la Goss et de la Cube tournée en $\{111\}\langle 112\rangle$ pendant la déformation plastique, peut s'expliquer à partir de considérations cristallographiques. En effet, rappelons d'une part, que le plan de glissement activé est le plan $\{110\}$ et que la texture finale est caractérisée par un plan $\{111\}$ parallèle au plan de laminage (DL, DT) et d'autre part, que l'angle entre les plans $\{110\}$ et $\{111\}$ est de 35° . Afin de favoriser le glissement de dislocations, le plan $\{110\}$ des différentes orientations présentes dans la texture doit donc s'aligner de sorte à maximiser le facteur de Schmid, c'est-à-dire, se positionner à 35° du plan de laminage (soit à 55° de (DN, DT)). Expérimentalement, la trace du plan de glissement a été observée à 60° de DN, ce qui est en bon accord. La déviation de 5° peut être expliquée par l'activation minoritaire des autres systèmes de glissement.

Ainsi, pour la composante de Goss, une rotation de 35° autour de l'axe DT est suffisante pour mettre le plan $\{110\}$ dans une position favorable pour le glissement des dislocations (Figure III.75). Cette valeur de 35° est en accord avec d'autres études sur la rotation de la Goss en $\{111\}\langle 112\rangle$ pendant la déformation à froid d'un monocristal de Fe-Si [Dun53, Dor07].

En ce qui concerne la Cube tournée, elle doit tourner de 55° autour du même axe DT, pour aligner son plan de glissement dans la position la plus favorable. L'angle de rotation de la Cube tournée (55°) est donc plus élevé que celui de la Goss (35°), ce qui explique qu'il est plus facile de former la $\{111\}\langle 112\rangle$ à partir de la composante de Goss qu'à partir de la Cube tournée.

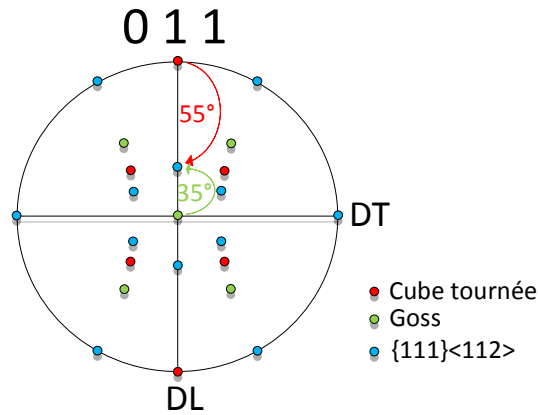


Figure III.75 : Figure de pôles {011} des trois principales composantes de texture.

III.2.2.3 Développement de la texture de Goss au cours du recuit R2

On constate que des cycles répétés de « laminage - recuit » permettent d'intensifier la texture de Goss au cours du processus d'élaboration. En fait, lors du laminage à froid, on observe la présence de sous-grains de Goss ($1\mu\text{m}$) dans les bandes de cisaillement situées à l'intérieur des grains $\{111\}\langle 112\rangle$ (Figure III.76). Pour de forts taux de réduction ($\geq 70\%$ de réduction) dans les Fe-Si, Dorner et al. [Dor07] ont expliqué la formation de ces nouveaux grains de Goss dans les bandes de cisaillement par l'effet du cisaillement local permettant la rotation de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ vers la Goss.

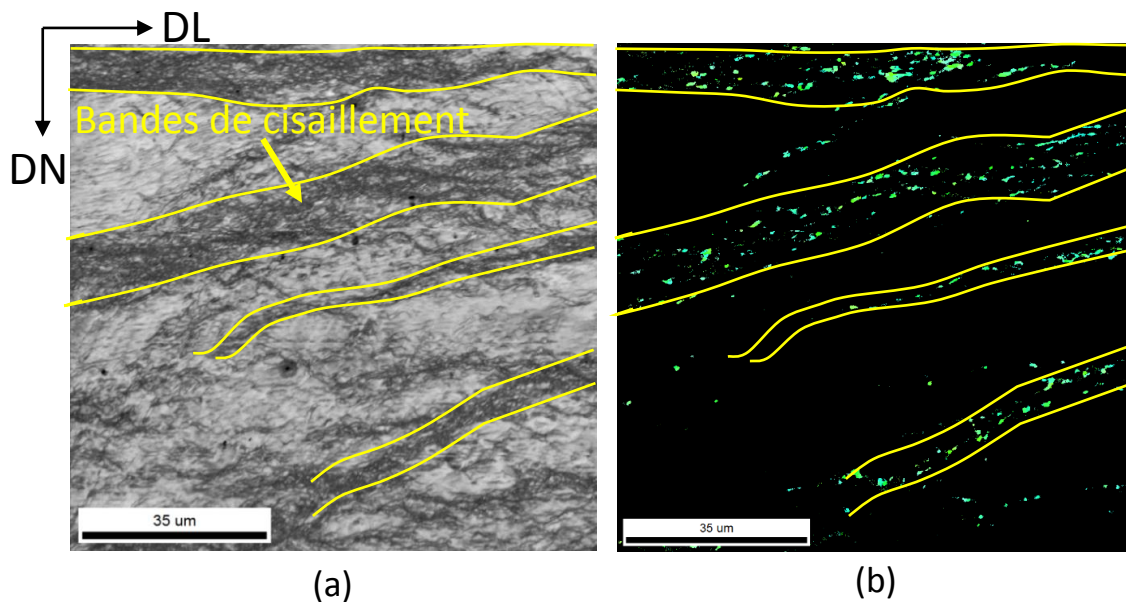


Figure III.76 : Grain $\{111\}\langle 112\rangle$ déformé présentant des bandes de cisaillement contenant des grains de Goss. (a) Distribution des IQ avec un pas d'exploration de $0,1\mu\text{m}$ et (b) mise en évidence des grains de Goss. Echantillon LAF2 issu du LAC XW235.

Durant le recuit, grâce à leur faible énergie stockée (Figure III.77), les sous-grains de Goss créés lors du laminage à froid (LAF1 ou LAF2) recristallisent et croissent aux dépens de

la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. Le développement rapide des grains de Goss présents dans les bandes de cisaillement lors d'un traitement thermique a été observé par Cruz et al. [Cru08] pour un alliage de Fe-Si doublement déformé à froid puis recuit à 710°C.

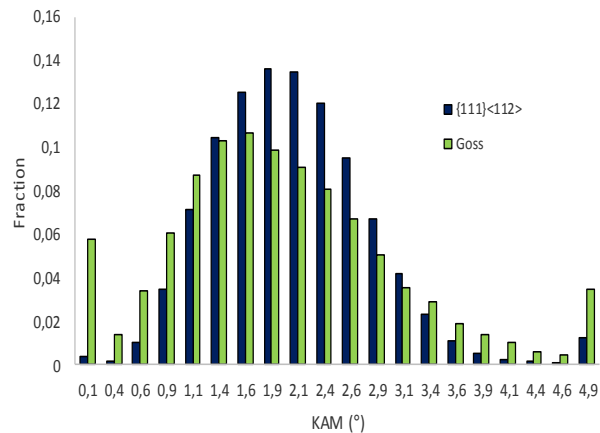


Figure III. 77 : Distribution du paramètre KAM dans les bandes de cisaillement, pour les composantes de Goss et $\{111\}\langle 112\rangle$.

Résumé

Finally, we can summarize the evolution of the Goss texture as follows :

- *Laminage à chaud : Pour un fort taux de réduction (> 90%), le laminage à chaud de l'AFK1 permet de développer principalement la Cube tournée et la fibre γ au centre des tôles. Au contraire, le cisaillement des rouleaux du laminoir en surface des tôles permet le développement de la composante de Goss. Outre la rotation de la texture vers la Goss, ce cisaillement induit probablement la formation de bandes de cisaillement vers les bords des tôles. Ceci engendre la création de germes de Goss dans ces bandes et par la suite leur recristallisation dynamique aux dépens de la matrice environnante.*

A partir du laminage à chaud, les grains d'orientations Cube tournée, de la fibre γ partielle et de Goss se comportent selon le schéma de la figure III.78.

- *Recuit R1 : Au cours de la recristallisation, les grains Cube tournée et de Goss, recristallisés dynamiquement lors du laminage à chaud, continuent de croître pendant le premier recuit. Compte tenu de sa faible énergie stockée, la Cube tournée, caractéristique du laminage à chaud, se développe aux dépens des composantes de la fibre γ de plus forte énergie.*

- *Laminage à froid : au cours de la déformation à froid (LAF1 ou LAF2), la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ se développe à partir de la Goss, de la Cube tournée et dans une moindre mesure, des composantes de la partie aléatoire de la texture initiale. Cela se produit quand le système de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ est majoritairement activé. Afin d'incliner le plan de glissement $\{110\}$ dans la position où le facteur de Schmid est maximum, la Cube tournée et la Goss tournent respectivement de 55° et de 35° autour de l'axe DT.*

- *Recuit R2 : La texture de Goss qui se développe majoritairement après le recuit R2 a pour origine les sous-grains de Goss présents dans les bandes de cisaillement des grains $\{111\}\langle 112\rangle$ du LA2F. La faible énergie stockée de ces sous-grains de Goss par rapport à celle de la matrice environnante permet la recristallisation des grains de Goss du second recuit.*

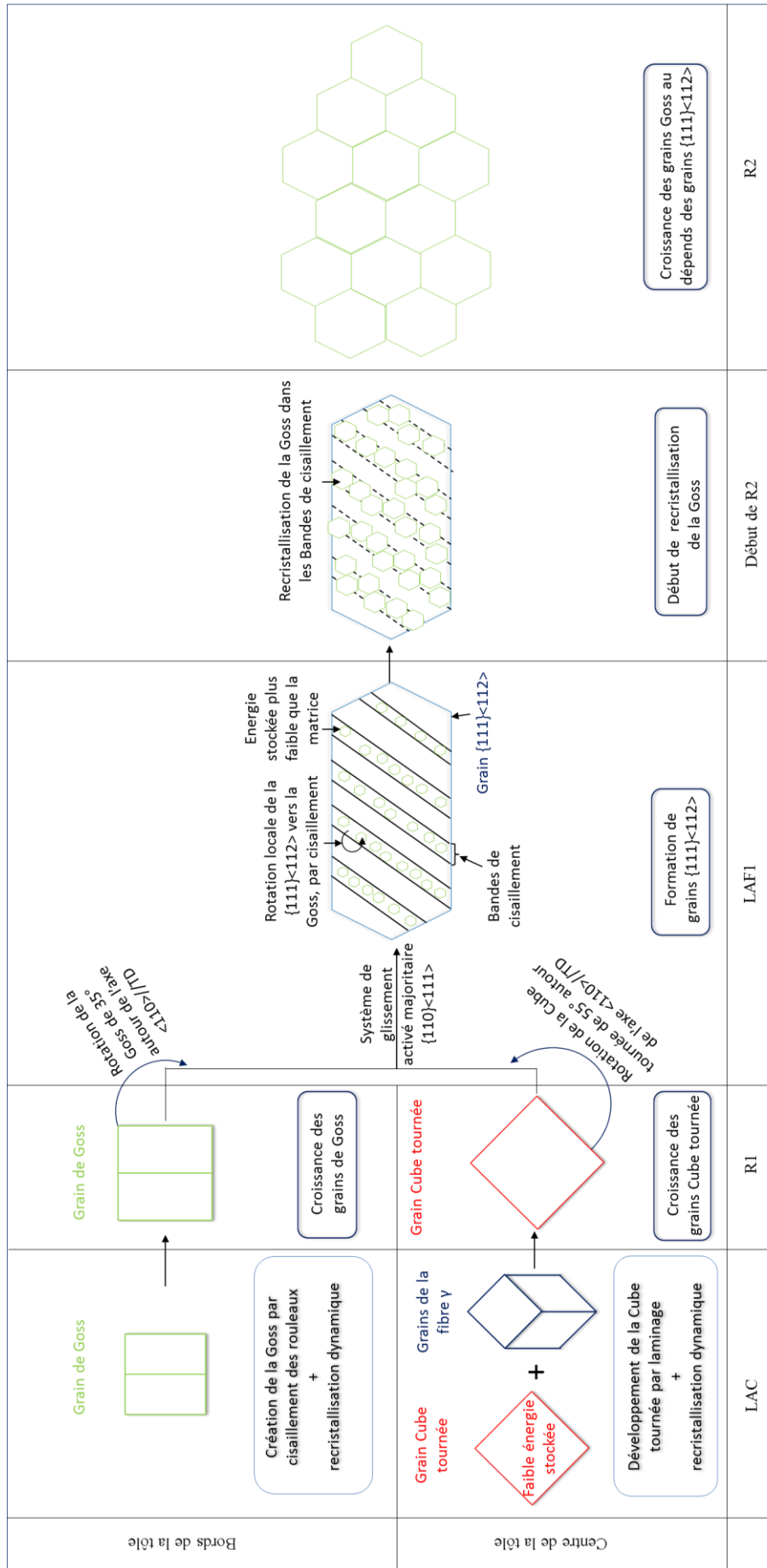


Figure III.78 : Evolution des composantes de Goss et Cube tournée du laminage à chaud au cours du premier recuit, laminage à froid et du deuxième recuit.

III.2.3 Conclusion

Les principales conclusions de cette étude sont :

- Les propriétés magnétiques et notamment l'induction magnétique de l'alliage AFK1 dépendent de l'acuité de la composante de Goss dans la tôle à la fin du processus thermo-mécanique.
- La texture de Goss du recuit final a pour origine la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ créée lors du laminage à froid. Cette dernière composante a elle-même pour origine les composantes de Goss et Cube tournée ainsi que d'autres composantes de la partie aléatoire de la texture du laminé à chaud.
- Le fort taux de réduction en laminage à chaud permet de développer une forte intensité de la Cube tournée au centre de la tôle, alors que le cisaillement induit le développement de la composante de Goss. L'acuité de cette composante de Goss dépend directement du taux de cisaillement.
- L'activation majoritaire du système $\{110\}\langle 111\rangle$ permet le développement de la $\{111\}\langle 112\rangle$. Afin d'incliner le plan $\{110\}$ dans la position où la valeur du facteur de Schmid est maximale, la Goss et la Cube tournée tournent respectivement de 35° et de 55° autour de l'axe DT. Cette différence d'angle de rotation explique par ailleurs pourquoi la Goss développe plus de $\{111\}\langle 112\rangle$ au cours du laminage à froid que la Cube tournée.
- La non-linéarité des traces de glissement dans le plan (DL, DT) et la déviation de 5° de ces derniers dans le plan (DL, DN) par rapport à la position théorique (55°) sont dues à l'activité des systèmes de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ et $\{123\}\langle 111\rangle$.
- Après un laminage à froid de 70% de réduction d'épaisseur, le développement de la $\{111\}\langle 112\rangle$ est accompagné du développement de nouveaux sous-grains de Goss dans les bandes de cisaillement. Ces sous-grains de Goss, de faible énergie stockée, se développent par la suite aux dépens de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ de plus forte énergie.

Finalement, la caractérisation de la microstructure et de la texture de l'AFK1 nous a permis de mieux comprendre le développement de la composante de Goss tout au long de la gamme de transformation. De plus, ce travail nous a conduit à proposer une optimisation du laminage à chaud afin d'améliorer les propriétés magnétiques par rapport à celles du LAC XW235, dont les paramètres de laminage sont inconnus, et qui était considéré jusqu'à lors comme étant le meilleur.

***CONCLUSION GENERALE
ET PERSPECTIVES***

CONCLUSION GENERALE

Les objectifs scientifiques de cette thèse étaient de comprendre le comportement microstructural et textural de deux alliages Fe-49%Co-2%V et Fe-27%Co. De plus, la mise en ordre de l'alliage Fe-49%Co-2%V a été étudiée. L'objectif industriel concernait l'optimisation des pertes magnétiques et de la limite d'élasticité du premier alliage (Fe-49%Co-2%V) et de l'induction magnétique du second alliage (Fe-27%Co).

Générateurs électriques

Influence de la distance entre interfaces et du taux d'ordre à grande distance sur les pertes magnétiques et la limite d'élasticité

Il ressort de cette étude que deux paramètres principaux, la distance entre interfaces et le taux d'ordre à grande distance (LRO), sont responsables du développement des bonnes propriétés industrielles, tant mécaniques que magnétiques. Une analyse mathématique a été proposée afin de prédire les pertes magnétiques et la limite d'élasticité à partir de ces deux paramètres microstructuraux.

Il a ainsi été démontré que les sous-grains faiblement désorientés ont un effet non négligeable sur les pertes magnétiques et la limite d'élasticité. Ils contribuent au blocage du mouvement des dislocations dans la matrice, ce qui conduit à une limite d'élasticité plus élevée. Les dislocations, bloquées dans les joints et les sous-joints de grains, réduisent le mouvement des domaines magnétiques (parois de Bloch), ce qui conduit à la détérioration des pertes magnétiques.

En parallèle, il a été démontré que le taux d'ordre à grande distance a une influence prépondérante sur la contrainte de friction et donc sur la limite d'élasticité. L'ordre structural influe sur la configuration des dislocations, les zones ordonnées étant caractérisées par des dislocations doubles. Plus il y a de dislocations doubles dans la matrice, plus la contrainte nécessaire pour faire bouger une source de dislocations diminue. Cela implique une diminution de la contrainte de friction.

A l'issue de ce travail, nous avons pu évaluer les valeurs optimales des propriétés magnétiques et mécaniques que ce matériau peut atteindre. Pour la valeur visée de pertes magnétiques (100W/kg) pour 400Hz, 1,5T, la limite d'élasticité théorique a été estimée à 812 MPa. Toutefois, les contraintes industrielles limitent actuellement cette valeur à 746 MPa ce qui fait néanmoins de l'AFK502 un matériau particulièrement intéressant pour la fabrication des générateurs électriques.

Transformateurs électriques

Influence de la texture de Goss sur les propriétés magnétiques de l'alliage Fe-27%Co

Une étude a été réalisée afin de comprendre le développement de la texture de Goss qui permet d'optimiser les propriétés magnétiques et notamment l'induction magnétique. Elle a abouti aux conclusions suivantes :

- Compte tenu du processus thermomécanique mis en place, la formation de la texture de Goss se fait par recristallisation primaire et croissance normale.

- L'origine de cette texture de recristallisation primaire est la Goss présente dans les bandes de cisaillement des grains d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ qui apparaissent au cours du LAF. Pendant la recristallisation primaire, la Goss se développe d'abord dans ces bandes puis croît aux dépens de la matrice $\{111\}\langle 112\rangle$ compte tenu de la différence d'énergie stockée. L'acuité de la Goss dépend donc de celle de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$.

- Au cours du laminage à froid, les grains $\{111\}\langle 112\rangle$ trouvent leur origine dans la Goss, la Cube tournée et la texture aléatoire présentes au LAC.

- L'orientation Cube tournée est caractéristique du laminage à chaud et présente une forte intensité pour des forts taux de réduction ($\geq 90\%$), alors que la Goss est une composante qui se développe par cisaillement sur les bords de la tôle laminée à chaud.

- Lors du laminage à froid, ces deux orientations, tout comme certaines composantes de la partie aléatoire de la texture tournent vers l'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$, via un mécanisme de glissement des dislocations, le système de glissement activé étant majoritairement le système $\{110\}\langle 111\rangle$. La Goss et la Cube tournée tournent respectivement de 35° et de 55° autour de la direction transverse (DT). Cela conduit donc au développement d'une forte intensité de l'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ notamment quand la Goss est majoritaire dans la matrice laminée à chaud. En conséquence, l'optimisation de la Goss au laminé à chaud augmente la quantité de Goss finale et donc les propriétés magnétiques.

Cette étude a permis d'identifier des paramètres de laminage à chaud optimisés permettant d'améliorer les propriétés magnétiques de la tôle finale par rapport aux valeurs actuellement atteintes. Le présent travail scientifique sur l'optimisation de la fraction de Goss rend donc ce matériau métallurgiquement apte à la fabrication des transformateurs électriques.

PERSPECTIVES

Cette thèse a permis d'optimiser les propriétés magnétiques et mécaniques de deux alliages Fe-Co en analysant le comportement microstructural, textural et de mise en ordre. Toutefois, il s'avère intéressant de poursuivre cette étude afin de mieux comprendre les mécanismes de recristallisation et de mise en ordre afin de poursuivre l'amélioration des propriétés industrielles.

Générateurs électriques

- Effet de la texture : Nous avons montré qu'une recristallisation partielle et un maximum de désordre permettent d'optimiser le compromis pertes magnétiques / limite d'élasticité. Pour l'améliorer, la maîtrise du paramètre « texture », pourrait être envisagée. En effet, une texture très accusée (par exemple la composante $\{111\}\langle 112\rangle$) permettrait d'avoir un angle de désorientation des joints de grains moyen θ très faible, facilitant le mouvement des parois de Bloch [Wae10] qui conduirait à une diminution du champ coercitif et donc des pertes magnétiques. En modifiant les paramètres des laminages à froid, comme par exemple, le taux de déformation ou l'utilisation d'un double laminage à froid,...pourrait être industriellement envisagé afin de contrôler la texture de recristallisation.

- La tôle d'AFK502 obtenue par recuit au défilé présente non seulement de faibles pertes magnétiques et une haute limite d'élasticité, mais aussi un allongement à la rupture suffisamment important pour permettre la découpe des tôles. L'allongement dépend du LRO comme le montre la figure III.82, une augmentation du taux d'ordre à grande distance implique une baisse de l'allongement. Afin de comprendre ce phénomène, il pourrait donc être intéressant de mener une étude approfondie en MET des mécanismes de déformation dans les zones ordonnées et désordonnées.

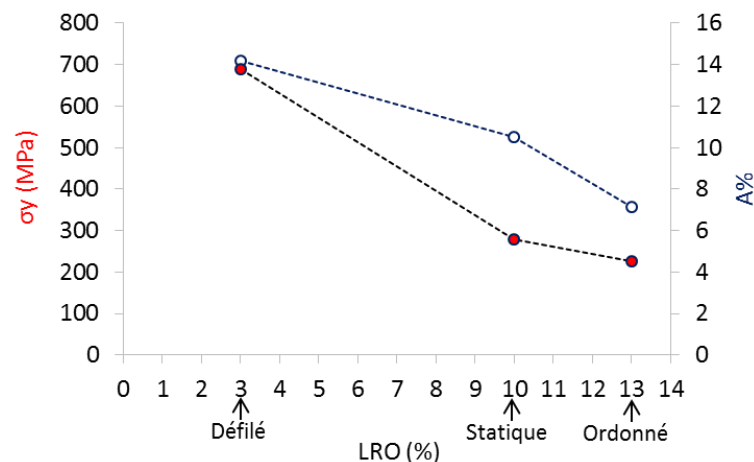


Figure III.82 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à la rupture en fonction du taux d'ordre à grande distance.

- Une meilleure quantification des zones ordonnées par un couplage d'analyses par diffraction des neutrons et par MET pourrait être également envisagée.

- A *Aperam Alloys Imphy*, le taux d'ordre est quantifié à partir de la résistivité électrique en supposant que le matériau de référence est complètement ordonné. Or, nous avons trouvé, par diffraction des neutrons, qu'il présentait un taux d'ordre de 27% seulement. Cette méthode reste donc qualitative. Il serait alors intéressant d'établir une loi phénoménologique entre le taux d'ordre mesuré par résistivité et celui estimé par diffraction des neutrons. De plus, pour améliorer la précision des mesures, il serait intéressant d'élaborer un alliage avec un taux d'ordre bien supérieur à 27%. Pour ce faire, nous proposons de réaliser les traitements thermiques décrits sur la figure III.83.

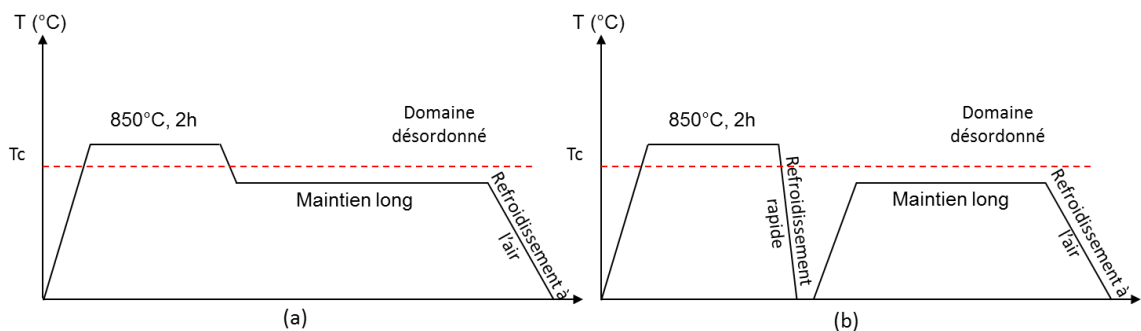


Figure. III.83 : Deux traitements thermiques qui pourraient augmenter le taux d'ordre.

(a) Recuit et (b) recuit 2.

Le recuit 1 (Figure III.83 (a)) consiste à faire un traitement thermique dans le domaine désordonné (par exemple 850°C, pendant 2h), puis à refroidir rapidement jusqu'à une température inférieure à la température de transition ordre-désordre. Un maintien long à cette température est alors réalisé. Cela permet de partir d'une structure complètement désordonnée qui a le temps de s'ordonner pendant le maintien long. Le recuit 2 (Figure III.83 (b)) est identique au recuit 1 pour la première partie. En revanche, avant de faire le maintien long, la tôle est refroidie rapidement jusqu'à l'ambiante afin de figer la structure et donc d'avoir une structure hors équilibre. La trempe permet d'augmenter l'énergie nécessaire à la mise en ordre ultérieure.

Transformateurs électriques

- Etude du laminage à chaud : Il ressort de ce travail que l'optimisation des propriétés magnétiques dépend de la fraction de Goss dans le laminé à chaud. Cette dernière est principalement due aux taux de cisaillement imposé au cours du laminage, celui-ci étant bien sûr lié aux conditions de laminage. Par conséquent, il pourrait être intéressant de réaliser une étude approfondie du développement de la texture de Goss au cours du laminage à chaud. Pour ce faire, différents points pourraient être abordés, comme :

➤ On pourrait estimer l'impact de plusieurs paramètres de laminage à chaud sur le cisaillement, comme la vitesse de déformation en faisant varier la vitesse de laminage ou le taux de réduction en partant d'ébauches de différentes épaisseurs.

➤ Par ailleurs, le taux de cisaillement pourrait être augmenté en réalisant un laminage asymétrique (LACA) à chaud.

➤ Une étude détaillée des mécanismes de déformation et de la recristallisation dynamique au cours du laminage à chaud permettrait de mieux comprendre les mécanismes de développement de la Goss par cisaillement. Il conviendrait de réaliser des laminages à chaud interrompus par une trempe et ceci à différentes températures pour modifier le taux de cisaillement de la tôle et voir son influence sur la fraction de Goss.

- Etude de recuit R2 : Le deuxième recuit permet de développer une fraction de Goss de 36% (LAC XW235). Sachant que la fraction de Goss augmente par croissance normale entre les recuits R3 et R5, on pourrait envisager de réaliser un recuit R2 plus long afin d'intensifier la Goss.

- Au cours des recuits R2 et R3, il serait intéressant d'étudier finement comment recristallise la Goss dans les bandes de cisaillement du laminé à froid notamment en étudiant les premiers stades de la recristallisation.

- Les recuits R3, R4 et R5 permettent, par croissance normale, d'augmenter l'intensité de la Goss d'un recuit à l'autre. De fait, il apparaît que les grains de Goss croissent aux dépens des autres composantes de la texture. Une étude détaillée de la croissance de grains permettrait de mieux comprendre les mécanismes de migration des joints de grains et donc d'optimiser cette succession de recuits.

RÉFÉRENCES

- [Add79] Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quere, « Eléments de Métallurgie Physique », vol 5, «Déformation Plastique», Ed. CEA, (1979).
- [Ade10] A. Albou, « influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn », Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, France (2010).
- [Ahm09] Z. Ahmad, A. Ali, M. Farooque, A. Ul-Haq, *Materials and Design*, 30, 3885 (2009).
- [Alh83] J.T. Al-Haidary, N.J. Petch, E.R. De Los Rios, *Phil Mag. A*, 47, 869 (1983).
- [Bai62] J.E. Bailey, P.B. Hirsch, *Proceedings of Royal Society of London A*, 267, 11 (1962).
- [Bar07] A. El-Bartali, « Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex », Thèse de doctorat, Ecole centrale de Paris, France (2007).
- [Bau08] T. Baudin, A.L. Etter, « La cristallographie appliquée à l'EBSD », Chapitre XV, « Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses », Ed. F. Brisset, EDP Sciences, ISBN 978-2-7598-0082-7, 521 (2008).
- [Bec50] P.A. Beck, R. Sperry, *Journal of Applied Physic*, 21, 150 (1950).
- [Bel77] S.P. Bellier, R.D. Doherty, *Acta metall.*, 25, 521 (1977).
- [Ber13] N. Bernier, E. Leunis, C. Furtado, T. Van De Putte, G. Ban, *Micron*, 54-55, 43 (2013).
- [Bot93] A. Bottcher, K. Lücke, *Acta Metall Mater*, 41, 2503 (1993).
- [Bun82] H.J. Bunge, « Texture Analysis in Materials Science, Butterworths» (1982).
- [Cal10] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, *Mat. Sci. Eng. A* 527 2738 (2010).
- [Che61] C.W. Chen, *J Appl Phys*, 32(3), 348S (1961).
- [Che77] C.W. Chen, *Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials*, Amsterdam: North-Holland Publishing Company (1977).
- [Che11] P. Chevalier, Cours de métallurgie, Master 1, CNAM, chapitre 8 : Effets d'alliage sur les propriétés : Mécanismes de durcissement des métaux et alliages (2011).
- [Cle73] D.W. Clegg, R.A. Buckley, *Metal Sci.*, 7, 48 (1973).
- [Cou94] G. Couderchon, *Alliages fer-nickel et fer-cobalt - Propriétés magnétiques*, Techniques de l'Ingénieur, d2130 (1994).
- [Cou98] G. Couderchon, *Alliages magnétiques doux*, Techniques de l'Ingénieur, m350 (1998).
- [Cox57] J.J. Cox, G.T. Horne, R.F. Mehl, *Trans. Am. Soc. Metals.*, 49, 118 (1957).
- [Cru04] F. Cruz-Gandarilla, R. Penelle, T. Baudin, H.M. Leon, *Materials Science Forum* 467-470, 123 (2004).
- [Cru05] F. Cruz-Gandarilla, R. Penelle, H.M. Leon, T. Baudin, J.G. Cabana-Moreno, *Materials Science Forum*, 495-497, 483 (2005).
- [Cru08] F. Cruz-Gandarilla, R. Penelle, H.M. Leon, T. Baudin, ICOTOM-0174-2008, Pittsburgh, Pennsylvania USA (2008).
- [Dav66] R.G. Davies, N.S. Stoloff, *Trans. Met. Soc.*, 236, 1605 (1966).
- [Den05] J.N. Deng, E. Bouzy, J.J. Fundenberger, R. Lin Peng, C.S. He, D.Z. Zhang, Y.D. Wang, *Materials Science Forum*, 495-497, 731 (2005).
- [Dil67] I.L. Dillamore, C.J.E Smith, T.W. Watson, *Met. Sci. J.*, 1, 49 (1967).
- [Doh97] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul-Jensen, K.E. Kassner, W.E. ing, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, *Materials Science and Engineering*, A238, 219 (1997).
- [Dor06] D. Dorner, S. Zaeferrer, L. Lahn, D. Raabe, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 304, 183 (2006).
- [Dor07] D. Dorner, S. Zaeferrer, D. Raabe, *Acta Materialia*, 55, 2519 (2007).
- [Duc03] A. Duckham, D.Z. Zhang, D. Liang, V. Luzin, R.C. Cammarata, C.L. Leheny, *Acta Mater.*, 51, 4083 (2003).
- [Dun53] C.G. Dunn, *Acta Met.*, 1, 163 (1953).
- [Elm29] G.W. Elmen, *Magnetic material and appliance*, US patent No 1, 739, 752 (1929).
- [Esh57] J.D. Eshelby, *Proc. R. Soc. Lond.*, 241, 376 (1957).

-
- [Ett02] A.L. Etter, M.H. Mathon, T. Baudin, V. Branger, R. Penelle, *Scripta Materialia*, 46 (4), 311 (2002).
- [Ett06] A.L. Etter, T. Baudin, M.H. Mathon, W. Swiatnicki, R. Penelle, *Scripta Materialia*, 54 (4), 683 (2006).
- [Ett07] A.L. Etter, « Contribution à la compréhension des mécanismes de recristallisation statique et dynamique dans les matériaux métalliques », Habilitation à diriger des recherches, Université Paris-Sud, Orsay, France (2005).
- [Fie85] H.C. Fielder, *J. appl. Phys.*, 29, 361 (1985).
- [Fra92] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, « Comportement mécanique des matériaux », Tome 1, « élasticité et plasticité », les éditions Hermès (1992).
- [Fri64] J. Friedel, « Dislocations », Pergamon Press (1946).
- [Gal11] S. Galdeano, « Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe,Co) dans une matrice de cuivre », Thèse de doctorat au LLB (CEA de Saclay), France (2011).
- [Gao99] H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, J.W. Hutchinson, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47 (6), 1239 (1999).
- [Gau96] D. Gautard, G. Couderchon, L. Coutu, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 160, 359 (1996).
- [Geo02] E.P. George, A.N. Gubbi, I. Baker, L. Robertson, *Materials Science and Engineering*, A329-331, 325 (2002).
- [Ghe09] C. Gheorghies, A. Doniga, *Journal of iron and steel research, INTERNATIONAL.*, 16(4), 78 (2009).
- [Gos35] H.E. Goss, U.S. Patent No. 2,025,814. Washington, DC (1935).
- [Guo11] W. Guo, W. Mao, Y. Li, Z.G. An, *Materials Science and Engineering A*, 528, 931 (2011).
- [Haa93] P. Haasen, *Metall. Trans. A*, 24A, 1001 (1993).
- [Hai01] B.T. Hailer, Master's thesis, Virginia Polytechnic Institute, Blacksburg-Virginia, USA (2001).
- [Hal51] E.O. Hall, *Podc. Phys. Soc.*, B 64, 74 (1951).
- [Han77] N. Hansen, *Acta Metall*, 25, 863 (1977).
- [Han91] C.H. Han, J.C. Shin, « Texture and microstructures », *Proceedings of ICOTOM 9*, Avignon (France), 14-18, 915 (1991).
- [Han04] N. Hansen, *Scripta Materialia*, 51(8), 801 (2004).
- [Hil65] R. Hill, *J. Mech. Phys. Solids.*, 13, 89 (1965).
- [Hug00] D.A. Hughes, N. Hansen, *Acta Mater.*, 48, 2958 (2000).
- [Hul63] D. Hull, *Proc. R. Soc. Lond.*, 274, 5 (1963).
- [Hul89] D. Hull, D.J. Bacon, *Introduction to dislocations. International Series on Materials Science and Technology*, Pergamon Press, 3ème édition (1989).
- [Hum05] J. F. Humphreys, M. Hatherley, « *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* », Elsevier Science (1995).
- [Hur03] P.J. Hurley, F.J. Humphreys, *Acta Mater.*, 51, 3779 (2003).
- [Hur04] P.J. Hurley, F.J. Humphreys, « *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* », 2nd ed., New York: Elsevier (2004).
- [Hut76] J.W. Hutchinson, *Proc. R. Soc. Lond.*, A348, 101 (1976).
- [IEC86] « *Magnetic materials* », International Electrotechnical Commission, Publication 404-6 (1986).
- [Ino80] Y. Inokuti, Y. Shimizu, C. Maeda, H. Shimanakai, *Proceedings of the 1st Riso International Symposium on Metallurgy and materials sciences*, 71 (1980).
- [Ino87] F. Inoko, M. Kobayashi, S. Kawaguchi, *Scripta metall.*, 21 1405 (1987).
- [Jak04] S. Jakani, « Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé », Thèse de doctorat, Laboratoire Léon Brillouin (CEA Saclay), France (2004).
- [Jin13] Y. Jin, M. Bernacki, G.S. Rohrer, A.D. Rollett, B. Lin, N. Bozzolo, *Materials Science Forum*, 753, 113 (2013).
- [Jor69] K.R. Jordan, N.S. Stoloff, *Trans Metal Soc AIME*, 245, 34 (1969).
- [Leb93] R.A. Lebensohn, C.N. Tomé, *Acta Metall. Mater.*, 41, 2611 (1993).
- [Li03] B.L. Li, W.Q. Cao, Q. Liu, W. Liu, *Mater. Sci. Eng., A.*, 356, 37 (2003).
- [Maj88] R.V. Major, C.M. Orrock, *IEEE Trans Magn*, 24, 8 (1988).
- [Mar64] M.J. Marcinkowski, H. Chessin, *Philos Mag*, 10, 59 (1964).
-

-
- [Mar00] J. Martin, Dislocations et plasticité des cristaux, Les éditions de physique (2000).
- [Mat81] M. Matsuo, T. Sakai, M. Tanino, T. Shindo, S. Hayami, Proceedings of ICOTOM 6, Tokyo (Japan), I.S.I.J., 918 (1981).
- [Mat89] M. Matsuo, ISIJ Int. 29, 809 (1989).
- [Mis84] S. Mishra, C. Därmann, K. Lücke, Acta Metallurgica, 32(12), 2185 (1984).
- [Mol87] A. Molinari, G. Canova, S. Ahzi, Acta Metallurgica, 35 (12), 2983 (1987).
- [Mur10] M. Aykol, A.O. Mekhrabov, M.V. Akdeniz, Intermetallics, 18, 893 (2010).
- [Nav13] N. Naveen-Kumara, R. Tewari, V. Durgaprasad, B.K. Dutt, G.K. Dey, Computational Materials Science, 77, 260 (2013).
- [Nor75] A.S. Normanton, P.E. Bloomfield, F.R. Sale, B.B. Argent, Metal Sci., 9, 7 (1975).
- [Ohn02] I. Ohnuma, H. Enokita, O. Ikeda, R. Kainuma, H. Ohtani, B. Sundman, K. Ishida, Acta Materialia, 50, 379 (2002).
- [Paw91] K. Pawlik, J. Pospiech, K. Lücke, Texture Microstruct., 14, 25 (1991).
- [Pet53] N.J. Petch, J. Iron Steel Inst., 174, 25 (1953).
- [Rab95] D. Raabe, Materials Science and Technology, 11(10), 985 (1995).
- [Rea50] W.T. Read, W. Shockley, Physical Review, 78, 275 (1950).
- [Rea53] W.T. Read, Dislocations in crystals, Mc Graw Hill (1953).
- [Ren01] L. Ren, S. Basu, R.H. Yu, J.Q. Xiao, A. Parvizi-Majidi, J Mater Sci., 36, 7 (2001).
- [Rod93] J. Rodriguez-Carvajal, Physica B, 192, 55 (1993).
- [Roe65] R.J. Roe, J. of Appl. Phys, 36, 2024 (1965).
- [Sak69] A. Sakakura, J. of appl. Physics, 40, 1534 (1969).
- [Sak71] A. Sakakura, S. Taguchi, Met. Trans., 2, 205 (1971).
- [Sam05] A. Samet-Meziou, « Etude des mécanismes de recristallisation dans un acier IF-Ti après faible déformation par laminage ou par traction », Thèse de doctorat, Université Paris Sud, France (2005).
- [Sam08] A. Samet-Meziou, A.L. Etter, T. Baudin, R. Penelle, Mater. Sci. Eng. A 473, 342 (2008).
- [Sch49] L.G. Schulz, Journal of Applied Physics, 20(11), 1030 (1949).
- [Šes70] B. Šesták, J. Blahovec, Physica status solidi (b), 40 (2), 599 (1970).
- [Shi86] Y. Shimizu, Y. Ito, Y. Iida, Metall Trans, 17A, 1323 (1986).
- [Sou04] T. Sourmail, Scripta Materialia, 51, 589 (2004).
- [Sou05] T. Sourmail, Progress in Materials Science, 50, 816 (2005).
- [Spi70] W.A. Spitzig, A.H. Keh, Acta Metallurgica, 18, 611 (1970).
- [Sto64] N.S. Stoloff, R.G. Davies, Acta Metall., 12, 85 (1964).
- [Sun04] R.S. Sundar, S.C. Deevi, Intermetallics, 12, 921 (2004)
- [Sun05] R.S. Sundar, S.C. Deevi, International materials review, 50 (3), 172 (2005).
- [Tan91] M. Tanaka, US Patent 05252940 (1991).
- [Tao64] T. Taoka, S. Takeuchi. S. Furubayashi, J. Phys. Soc. J., 19, 701 (1964).
- [Tho69] D.R. Thornburg, J Appl. Phys., 10, 1579 (1969).
- [Tom84] C. Tomé, G.R. Canova, U.F. Kocks, N. Christodoulou, J.J. Jonas, Acta Metall. 32(10), 53 (1984).
- [Ver07] B. Verlinden, J.H. Driver, I. Samajdar, R. Doherty, Thermomechanical processing of metallic materials, Pergamon Materials Series, Elsevier Ltd. (2007).
- [Wae10] T. Waeckerlé, Matériaux magnétiques doux cristallins-Magnétisme et métallurgie appliqué, Techniques de l'ingénieur, d2121 (2010).
- [Wae11] T. Waeckerlé, Matériaux magnétiques doux cristallins - Choix des matériaux, Techniques de l'Ingénieur, d2122 (2011).
- [Wal60] J. L. Walter, C.G. Dunn, Acta Met., 8, 497 (1960).
- [Whi32] J.H. White, C.V. Wahl, US patent No 1,862,559 (1932).
- [Win00] G. Winther, X. Huang, N. Hansen, Acta Mater., 48, 2187 (2000).
- [Wri00] S. I. Wright, D. P. Field, D. J. Dingley, « Electron Backscatter Diffraction in Materials Science », Eds. A. J. Schwartz, M. Kumar and B.L. Adams, chapitre 13 (2000).
- [Yam82] M. Yamaguchi, Y. Umakoshi, T. Yamane, Scripta Metallurgica, 16(5), 607 (1982).
- [Yu99] R.H. Yu, S. Basu, Y. Zhang, J.Q. Xiao, J Appl Phys., 85(8), 6 (1999).
- [Yu00] R.H. Yu, S. Basu, R.Y. Zhang, A. Parvizi-Marjidi, K.M. Unruh, J.Q. Xiao, IEEE Trans Magn., 36(5), 93 (2000).
- [Zha94] L. Zhao, I. Baker, Acta Metallurgica et Materialia, 42(6), 1953 (1994).
-