



HAL
open science

Etude de la microstructure, de la texture et des propriétés magnétiques d'un alliage à base de Ni et de Fe après traitement par déformation plastique sévère et recuit

Oussama Dabou

► **To cite this version:**

Oussama Dabou. Etude de la microstructure, de la texture et des propriétés magnétiques d'un alliage à base de Ni et de Fe après traitement par déformation plastique sévère et recuit. Matériaux. Université Paris-Saclay; Université des Sciences et de la Technologie Houari-Boumediène (Algérie), 2024. Français. NNT : 2024UPASF020 . tel-04574587

HAL Id: tel-04574587

<https://theses.hal.science/tel-04574587>

Submitted on 14 May 2024

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.

Étude de la microstructure, de la texture et des propriétés magnétiques d'un alliage à base de Ni et de Fe après traitement par déformation plastique sévère et recuit

Study of the Microstructure, the Texture and the Magnetic Properties of a Ni and Fe-based alloy After Treatment by Severe Plastic Deformation and Annealing

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay et de l'université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene

École doctorale n°571 Sciences chimiques : Molécules,
Matériaux, Instrumentation et Biosystèmes (2MIB)
Spécialité de doctorat : Chimie

Thèse préparée dans l'unité de recherche Institut de chimie moléculaire et des matériaux d'Orsay (Université Paris-Saclay, CNRS) et le Laboratoire Physique des Matériaux de la Faculté de Physique, USTHB

sous la direction de **Anne-Laure HELBERT**, professeure des universités,
la co-direction de **Djamel BRADAI**, Professeur des universités,
La co-direction de **Thierry BAUDIN**, Directeur de recherche au CNRS

Thèse soutenue à l'USTHB, Alger le 22 avril 2024, par

Oussama DABOU

Composition du Jury

Membres du jury avec voix délibérative

Nasser BENREKAA

Professeur des universités, USTHB

Safia ALLEG

Professeure des universités, Université Badji Mokhtar-Annaba

Angéline POULON

Maître de conférences, ICMCB, Université de Bordeaux

Laurent DANIEL

Professeur des universités, CentraleSupélec, Université Paris-Saclay

Président

Rapporteur &

Examineur

Rapporteur &

Examineur

Examineur

Titre : Étude de la microstructure, de la texture et des propriétés magnétiques d'un alliage à base de Ni et de Fe après traitement par déformation plastique sévère et recuit.

Mots clés : Déformation, SPD, Coercivité, ARB, microstructure, HPT, texture.

Résumé : Cette thèse propose une étude exhaustive de l'alliage Mumetal, en se penchant sur sa microstructure, sa texture, sa dureté, ses propriétés magnétiques et leurs interrelations. Deux aspects majeurs sont examinés. La première partie se penche sur les changements microstructuraux et mécaniques induits par des techniques de déformation plastique sévère (SPD) telles que le multi coulaminage (ARB), la torsion sous haute pression (HPT) et le pressage ondulé sous contrainte (CGP). Après ARB, la microstructure du Mumetal évolue de grains équiaxes à des grains allongés. Des gradients de dislocation, des changements de texture et une amélioration significative de la dureté sont observés, contribuant tous aux propriétés mécaniques supérieures du matériau. HPT engendre des structures de grains encore plus fines et une dureté accrue. Le CGP, démontre comment la déformation sous température (in situ) peut être exploitée pour améliorer les propriétés mécaniques du Mumetal sans altérer la taille de grain du matériau.

La deuxième partie de votre recherche explore les propriétés magnétiques du Mumetal et leur corrélation avec les paramètres microstructuraux et mécaniques. Il est révélé que le raffinement microstructural impacte considérablement les caractéristiques magnétiques du Mumetal. Les propriétés magnétiques sont étroitement liées à l'évolution microstructurale consécutive aux techniques de SPD. Les mesures magnétiques mettent en lumière la relation entre la douceur magnétique du Mumetal et sa dureté mécanique, avec des implications pour son utilisation dans la protection électromagnétique et d'autres technologies. De plus, Le traitement thermomécanique peut être utilisé pour parvenir à un équilibre synergique entre la douceur magnétique et la dureté mécanique. En optimisant les caractéristiques microstructurales, ces matériaux peuvent être adaptés à des applications spécifiques.

Title : Study of the Microstructure, Texture And Magnetic Properties of a Ni And Fe-Based Alloy After Treatment By Severe Plastic Deformation And Annealing.

Keywords : Deformation, SPD, coercivity, microstructure, texture, hardness

Abstract : This thesis presents a comprehensive study of Mumetal alloy, focusing on its microstructure, texture, hardness, magnetic properties, and their interrelations. Two major aspects are examined. The first part investigates microstructural and mechanical changes induced by severe plastic deformation (SPD) techniques such as accumulative roll bonding (ARB), high-pressure torsion (HPT), and constrained groove pressing (CGP). After ARB, the Mumetal microstructure transitions from equiaxed to elongated grains. Dislocation gradients, texture changes, and a significant hardness improvement are observed, all contributing to the material's superior mechanical properties. HPT generates even finer grain structures and increased hardness. CGP demonstrates how in situ deformation under temperature conditions can be exploited to enhance Mumetal's mechanical properties without altering the material's grain size.

The second part explores the magnetic properties of Mumetal and their correlation with microstructural and mechanical parameters. It is revealed that microstructural refinement significantly impacts Mumetal's magnetic characteristics. Magnetic measurements highlight the relationship between Mumetal's magnetic softness and its mechanical hardness, with implications for its use in electromagnetic shielding and other technologies. Furthermore, thermomechanical treatment can be employed to achieve a synergistic balance between magnetic softness and mechanical hardness. By optimizing microstructural features, these materials can be tailored for specific applications.

REMERCIEMENTS

cette thèse a été menée dans le cadre d'une convention de **cotutelle** entre deux institutions de premier plan : l'équipe **SP2M** de l'Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay en France, et l'équipe **TPMT** du Laboratoire de Physique des Matériaux de Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene en Algérie.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux personnes suivantes dont le soutien indéfectible et les conseils avisés ont joué un rôle essentiel dans l'achèvement réussi de ma thèse.

À mon estimée directrice de thèse, Madame **Anne-Laure HELBERT**, professeure à l'université Paris-Saclay, dont le mentorat exceptionnel, les conseils éclairés et l'encouragement constant ont été la pierre angulaire de mon parcours académique.

Mes sincères remerciements vont à mon directeur de thèse, Monsieur **Djamel BRADAI**, professeur à l'USTHB, dont le mentorat, les conseils précieux et le soutien indéfectible tout au long de mon parcours de thèse à l'USTHB ont été inestimables.

Un merci spécial à mon codirecteur de thèse, Monsieur **Thierry BAUDIN**, directeur de recherche à l'ICMMO, pour sa gentillesse, ses conseils précis et son assistance inestimable tout au long de la période de la thèse.

Je suis reconnaissant envers les membres éminents du jury pour avoir accepté de juger ce travail et pour leurs commentaires constructifs et leurs discussions captivantes lors de la défense de thèse :

Monsieur **Nacer BENREKAA**, professeur à l'USTHB, pour son rôle de président du jury.

Monsieur **Laurent DANIEL**, professeur à l'Université de Paris-Saclay, France, pour ses précieuses contributions en tant que examinateur.

Madame **Safia ALLEG**, professeure à l'Université d'Annaba, pour sa contribution en tant qu'examinatrice et rapporteuse.

Madame **Angéline POULON**, professeure à l'Université de Bordeaux, pour sa contribution en tant qu'examinatrice et rapporteuse.

Je suis reconnaissant pour le généreux soutien et les discussions fructueuses du Dr. **Thierry WAECKERLE** et du Dr. **Yanick ATEBA BETANDA d'Aperam Alloys**, qui ont fourni une assistance essentielle et l'alliage de Mumetal utilisé dans ce projet.

Merci au Prof. **Terence G. LANGDON** et au Dr. **Yi HUANG** de l'Université de Southampton pour leur collaboration et leur soutien avec le traitement par déformation HPT, et au Dr. **Loïc PERRIERE** de l'Institut de Chimie et des Matériaux Paris Est pour son assistance avec la manipulation ARB. Merci au Dr. **Andrea CERRETA** pour l'analyse MFM des échantillons.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance au personnel administratif de l'équipe **SP2M** et de l'école doctorale **2MIB** pour leur soutien précieux et leur assistance tout au long de mon parcours académique. De même, j'adresse mes remerciements au personnel administratif de la **Faculté de Physique** de l'USTHB pour leur soutien continu et leur coopération pendant mes études doctorales.

Un grand merci à l'équipe **TPMT** à l'USTHB pour leur assistance et les moments partagés tout au long du voyage de doctorat.

Enfin, j'adresse mes remerciements à mes collègues et amis à l'ICMMO, en particulier **Ismail, Selma, Thimothé, Caroline, Justine, Kokouvi** et notre mystérieux ami **Monsieur J**, pour leur camaraderie et leur soutien.

Merci également à mes amis à l'USTHB, notamment **Ahmed, Ismail et Ramzi**, avec qui j'ai partagé de nombreux moments mémorables au cours de nos études.

Merci à mon ami et frère, le Dr. **Gh Abdessalam**, pour les merveilleux moments que nous avons partagés au cours des dix dernières années ! Un merci spécial à tous les autres membres de l'équipe **PalmFx** !

Votre assistance et vos encouragements constants ont été inestimables, et je suis profondément reconnaissant pour vos contributions significatives à mon parcours académique.

cet travail est dédié à :
Ma mère et Mon père,
tous mes frères et ma petite sœur,
pour ma ville maternelle adorée, Aïn Salah,
pour tous ceux qui ont toujours eu confiance en moi.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	3
LISTE DES ABREVIATIONS	8
INTRODUCTION GENERALE	10
CHAPITRE I : ETAT DE L'ART & DEFINITIONS GENERALES	13
I.1 Les matériaux ultrafins et nanostructurés.....	13
I.2 Techniques de déformation plastique sévère	15
I.2.1 Multi-colaminage	15
I.2.2 Torsion sous haute pression.....	17
I.2.3 Pressage ondulé sous contrainte.....	19
I.3 Caractéristiques microstructurales des matériaux après SPD	20
I.3.1 Mécanismes de formation des grains ultrafins	20
I.3.2 Défauts linéaires et planaires	23
I.4. Magnétisme et matériaux magnétiques.....	26
I.4.1 Origine du magnétisme.....	26
I.4.2 Cycle d'hystérésis magnétique	30
I.4.3 Matériaux magnétiques	31
I.5.5 Modèle d'anisotropie aléatoire	33
CHAPITRE II : MATERIAU, PROCEDES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	37
II.1 Matériau utilisé.....	37
II.2 Procédés d'élaboration	37
II.2.1 Multi-Colaminage (ARB).....	37
II.2.2 Torsion sous haute pression (HPT)	38
II.2.3 Procédé de pressage ondulé sous contrainte (CGP)	39
II.3 Techniques de caractérisation	41
II.3.1 Préparation des échantillons pour les mesures de dureté et DRX	41
II.3.2 Essai de microdureté	42
II.3.3 Microscope électronique à balayage (MEB).....	43
II.3.4 Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).....	44
II.3.6 Analyse des propriétés magnétiques avec la technique VSM.....	46
CHAPITRE III : IMPACT DE LA DEFORMATION PLASTIQUE SEVERE ET DU RECUIT SUR LA MICROSTRUCTURE, LA MICRODURETE ET LA TEXTURE DU MUMETAL	49
Introduction.....	49
III.A. Déformation plastique sévère par ARB.....	49

III.A.1 Influence de l'ARB sur la microstructure.....	49
III.A.2 Evolution de la densité de dislocations et de la dureté après ARB	56
III.A.3 Evolution de la texture après ARB.....	60
III.B Torsion sous haute pression (HPT)	63
III.B.1 Influence de l'HPT sur la microstructure.....	63
III.B.2 Evolution de la microdureté et de la densité de dislocations après HPT	69
III.B.3 Évolution de la texture après HPT	70
III.C Pressage ondulé contraint (CGP).....	75
III.C.1 Influence du CGP sur la microstructure.....	75
III.C.2 Influence du CGP sur la microdureté et la densité de dislocations	76
III.D Recristallisation de l'alliage Mumetal après SPD et recuit	78
III.D.1 Après ARB	78
III.D.2 Après HPT	82
Discussion et conclusion.....	83
CHAPITRE IV : COMPORTEMENT MAGNETIQUE DU MUMETAL APRES DEFORMATION PLASTIQUE ET	
RECUIT	89
Introduction.....	89
IV.1 Propriétés magnétiques du Mumetal après ARB et HPT.	89
IV.2 Effet du recuit sur le comportement magnétique de l'alliage Mumetal déformé.....	90
IV.3 Corrélation entre la microstructure, la dureté et le comportement magnétique du Mumetal après traitements thermomécaniques	91
IV.3.a Après déformation plastique sévère (ARB, HPT et CGP).....	91
IV.3.b Après déformation plastique sévère et recuit.....	96
IV.4 Combinaison optimale de dureté mécanique et de douceur magnétique du Mumetal après traitement thermomécanique.	104
Conclusion.....	107
Conclusion générale.....	108
Perspectives.....	110
Références.....	112

LISTE DES ABREVIATIONS

ARB	Accumulative roll Bounding.
cfc	Cubique à Faces Centrées.
CG	Caorse Grain.
CGP	Constrained Groove Pressing.
CSL	Coïncidence Site Lettice.
cvc	Cubique à Volume Centrées.
DDW	Dense Dislocations Walls.
DL (RD)	Direction de Laminage.
DN (ND)	Direction Normale.
DT (TD)	Direction Transversale.
EBSD	Electron BackScatter Diffraction.
FDOC	Fonction de Distribution des Orientations Cristallines.
GNB	Geometrically Necessary Boundaries.
GND	Geometrically Necessary Dislocations.
HAGB	High Angle Grain Boundary.
HPT	High Pressure Torsion.
IDB	Incidental Dislocation Boundaries.
IPF	Inverse Pole Figure.
IQ	Image Quality.
KAM	Kernel Average Misorientation.
KAM	Karnel Average Misorientation.
LAGB	Low Angle Grain Boundary.
MEB	Microscope Electronique à Balayage.
NS	Nanostructure
OIM	Orientation Imaging Microscope.
OM	Optical Microscopy.
SD	Shear Direction.
SPD	Severe Plastic Deformation.

SPD Severe plastic deformation.
SSD Statistically Stored Dislocations.
TEM Transmission Electron Microscopy.
UFG Ultra Fine Grains.
VSM Vibrating Sample Magnetometer.
DRX X-Ray Diffraction.
 γ SFE Stacking Fault Energy.

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux magnétiques doux (en anglais : Soft Magnetic Materials « SMMs ») présentent une augmentation de leur polarisation magnétique lorsqu'ils sont exposés à un champ appliqué de faible intensité. Ils sont largement utilisés dans diverses applications telles que le transfert d'énergie (par exemple, les transformateurs, , les éoliennes) et la conversion d'énergie (par exemple, les alternateurs, les moteurs et les actionneurs) [1]. Améliorer les propriétés magnétiques de ces matériaux offre des avantages significatifs, car même une augmentation de 1,5 % de l'efficacité énergétique dans un transformateur se traduit par des économies substantielles de plusieurs milliards de dollars [2]. Plusieurs facteurs, notamment la composition chimique, les phases en présence, la taille des grains, le degré d'ordre et, dans certains cas, la texture cristallographique, influencent le comportement magnétique des SMMs [3–7]. Pour obtenir des propriétés magnétiques optimisées pour des applications spécifiques, il est nécessaire de trouver un compromis entre ces facteurs.

Cette étude vise à appliquer des processus de déformation sévère (ARB pour « Accumulative roll bounding », HPT pour « High Pressure Torsion » et CGP pour « Constrained Groove Pressing ») à l'alliage « Mumetal » (Ni-15%Fe-5%Mo) fourni par la société Aperam Alloys Imphy. L'étude a deux objectifs principaux. Premièrement, elle vise à explorer la corrélation entre la coercivité magnétique et la taille des grains, la dureté et la densité de dislocations. Deuxièmement, elle vise à atteindre un compromis optimal entre les propriétés magnétique et mécanique grâce à un traitement thermomécanique.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Chapitre Un : État de l'art et définitions générales. Ce chapitre fournit les définitions essentielles pour caractériser les matériaux ultrafins et les nanomatériaux. Il introduit les mécanismes de déformation plastique et explique les principes des trois techniques de déformation plastique

sévère (en anglais : Severe Plastic Deformation « SPD») utilisé dans la thèse. Le chapitre définit également les aspects clés du magnétisme et des matériaux magnétiques.

Chapitre Deux : Matériaux, procédés et techniques expérimentales. Ce chapitre offre un bref aperçu des caractéristiques du matériau et des techniques expérimentales utilisées pour l'élaboration et la caractérisation du Mumétal.

Chapitre Trois : Effet de la déformation plastique sévère et du recuit sur la microstructure, la dureté et la texture de l'alliage Mumetal. Ce chapitre, constituant environ 60 % des résultats expérimentaux, il étudie l'impact de la déformation plastique par ARB, HPT et CGP sur les paramètres microstructuraux tels que la taille des grains, les joints de grains, la dureté et la texture cristallographique. Une comparaison des trois techniques en termes d'efficacité pour obtenir des microstructures ultrafines est présentée.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude du comportement magnétique du Mumetal après déformation plastique à travers les trois techniques et après recuit dans différentes conditions. Il examine la relation entre la taille des grains, la dureté et la coercivité magnétique et discute des résultats. Le chapitre conclut en identifiant l'approche de traitement thermomécanique la plus appropriée pour atteindre une combinaison optimale de douceur magnétique et de dureté mécanique pour l'alliage.

I.1 Les matériaux ultrafins et nanostructurés

Tous les matériaux sont composés d'atomes. Selon l'ordre dans lequel les atomes sont arrangés les uns par rapport aux autres, les matériaux solides peuvent être classés en matériaux cristallins et en matériaux non cristallins ou amorphes. Dans les matériaux cristallins, les atomes sont disposés de manière répétitive ou périodique sur de grandes distances atomiques, tandis que dans les matériaux amorphes, cet ordre atomique à longue portée est absent. Les métaux cristallins avec différentes structures cristallines, cubique centrée, cubique à faces centrées, hexagonale, sont divisés en deux catégories : les monocristaux et les polycristaux. Les matériaux monocristallins sont constitués d'un seul cristal, ce qui signifie que les atomes ou ions sont arrangés de manière régulière et continue sur toute la structure. Il n'y a pas de limites de grains internes. Par contre, les matériaux polycristallins sont constitués de nombreux petits cristaux appelés grains, qui ont des orientations cristallines différentes. Ces grains sont séparés par des joints de grains [8]

Pour une même composition chimique, la taille des grains est l'un des facteurs les plus importants qui déterminent la plupart des propriétés physiques, chimiques et mécaniques des métaux. Il est bien connu que les propriétés mécaniques à température ambiante, le comportement superplastique à haute température, l'activité chimique, la bioactivité, le comportement vis-à-vis de la corrosion, la capacité de stockage de l'hydrogène et la plupart des autres propriétés des métaux polycristallins dépendent des caractéristiques microstructurales, en particulier de la taille des grains [8].

Différentes catégories de métaux sont illustrées sur la Figure I. 1 en fonction de la taille des grains.

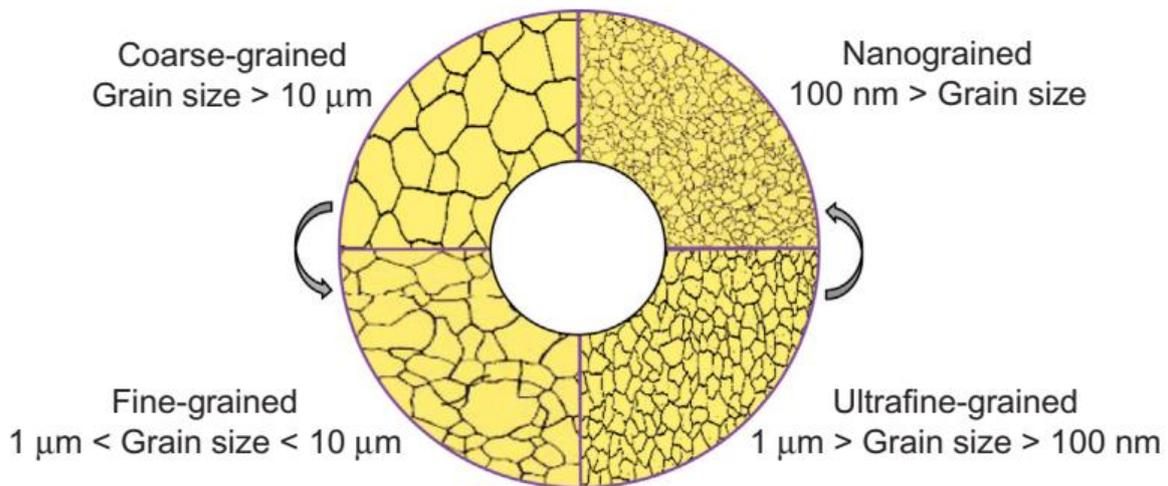


Figure I. 1 : Différentes catégories de métaux en fonction de la taille de grains.[9]

La taille des grains la plus courante des métaux industriels est de l'ordre de 10 μm et ceux-ci sont souvent appelés métaux à gros grains (CG, pour Coarse Grain). Les CG sont principalement produits par des processus de coulée. Les métaux à grains fins avec une taille de d'environ 1 à 10 μm sont produits par un traitement thermomécanique, dans lequel le processus de mise en forme du métal est réalisé à froid ou a chaud [10]. Dans cette thèse, l'étude porte sur le troisième type de qui est constitué de métaux à grains ultrafins (UFG, UltraFine Grain) avec une taille de grains inférieure à 1 μm et supérieure à 100 nm. Les métaux avec une taille de grains inférieure à 100 nm sont appelés métaux nanostructurés (NS). Les métaux UFG sont difficiles à produire à l'aide de processus thermomécaniques et de mise en forme conventionnels [8, 11, 12]. Cela peut être attribué à la quantité limitée de déformation plastique résultant principalement des valeurs limitées de contraintes de compression hydrostatique [13, 14].

Au cours de la dernière décennie, le développement de matériaux UFG et NS est devenu l'une des avancées dans la science des matériaux [14, 15]. Les propriétés physiques et mécaniques améliorées de ces matériaux UFG et NS amènent un grand intérêt pour des recherches ultérieures en vue d'obtenir des propriétés uniques pour une variété d'applications structurales et fonctionnelles [11, 16].

Ces propriétés mécaniques et physiques supérieures rendent les matériaux UFG et NS attrayants pour de nombreuses applications avancées dans les domaines médical, aérospatial, énergétique, des articles de sport, du transport et des industries de haute technologie. Diverses méthodes de production de ces matériaux ont été développées, qui, en fonction de leurs approches, peuvent

être classées en deux principales catégories : les méthodes ascendantes (Bottom-Up) et les méthodes descendantes (Top-Down) [17]. La déformation plastique sévère (SPD, pour Severe Plastic Deformation) est généralement considérée comme une méthode de type « top-down » dans le contexte de la fabrication de UFG. Il est important de noter que le SPD a été particulièrement important dans la production de matériaux nanométriques massifs avec des propriétés mécaniques améliorées et peut être considéré comme une technique essentielle dans le domaine des sciences et de l'ingénierie des matériaux.

1.2 Techniques de déformation plastique sévère

Les matériaux ultrafins, définis comme des matériaux nanostructurés massifs avec des tailles de grains inférieures à 1 μm , sont généralement composés de joints de grains à grands angles et d'autres caractéristiques nano structurales telles que les nanoprécipités, et/ou des nanomacles et les sous-structures de dislocations, entre autres. L'International NanoSPD Steering Committee les définit ainsi [18]. La technologie SPD est actuellement une méthode très efficace pour produire des nanomatériaux et comprend différentes techniques telles que la torsion sous haute pression (HPT, High Pressure Torsion) [19], le pressage angulaire à canal égal (ECAP, Equal Channel Angular Pressing), le multi-colaminage (ARB, Accumulative Roll Bonding) [20], le pressage ondulé sous contrainte (CGP, Constrained Groove Pressing) [21] et le forgeage multidirectionnel (MDF, Multi-Directional Forging), et autres. Ces méthodes peuvent réaliser une déformation importante (déformation équivalente > 6), généralement, en maintenant la forme de l'échantillon [11]. Dans ce travail de doctorat, nous avons utilisé les trois techniques de SPD suivantes : ARB, HPT et CGP.

1.2.1 Multi-colaminage

La technique ARB, illustrée sur la Figure I. 2 [20], est une méthode SPD développée par Tsuji et son équipe [20, 22, 23] à la fin des années 1990 dans le but de créer un processus continu pour produire des matériaux de grandes dimensions avec des structures UFG. Les autres techniques SPD de l'époque s'intéressaient à l'élaboration de petits échantillons de manière non continue. L'ARB utilise la déformation par laminage, qui est le processus de travail des métaux le plus courant pour fabriquer en continu des plaques ou tôles.

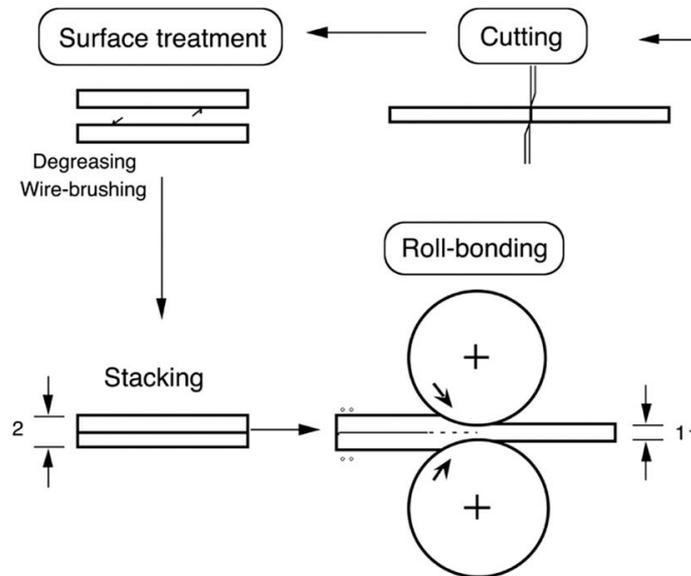


Figure I. 2 : Schéma synoptique de la technique ARB [23].

Cependant, le laminage conventionnel ne permet pas d'atteindre des valeurs de déformation équivalente supérieures à 4-5 (qui sont nécessaires pour obtenir des structures UFG uniformes [24]). A titre d'exemple, pour obtenir une plaque UFG d'une épaisseur de 1 mm après une déformation équivalente totale de 5, il faut commencer avec une plaque de 76 mm d'épaisseur, ce qui est difficilement envisageable en laminage à froid. Au contraire, si l'épaisseur de la plaque de départ est réduite à une taille plus réaliste, les produits finaux seraient des feuilles minces très difficile à élaborer.

Dans le processus ARB, une plaque avec une épaisseur de 1 mm, par exemple, subit une réduction d'épaisseur de 50 % lors de la première étape. La plaque laminée, maintenant avec une épaisseur de $\frac{1}{2}$ mm, est coupée en deux. Les deux morceaux sont empilés l'un sur l'autre pour retrouver la dimension initiale avant le premier laminage, puis ils subissent une autre réduction d'épaisseur de 50 %. Les procédures mentionnées ci-dessus peuvent être répétées indéfiniment, permettant d'accéder à de très fortes déformations et donc des structures UFG ou nano. Au cours de ce processus de fabrication, le laminage sert à la fois de processus de déformation et de liaison (soudage à l'état solide), ce qui est communément appelé "roll-bonding". Afin de garantir une liaison optimale, les surfaces de contact des tôles doivent être soigneusement dégraissées et brossées à l'aide d'une brosse métallique avant le laminage.

Le processus ARB peut être réalisé à chaud pour faciliter à la fois la déformation et surtout l'adhésion. Toutefois, il est essentiel que la température de laminage reste inférieure à la

température de recristallisation des matériaux pour éviter le grossissement des grains au cours du processus.

La déformation équivalente de von Mises (ϵ_{eq}) après n cycles d'ARB est exprimée comme suit :

$$\epsilon_{eq} = -\frac{2N}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) = -\frac{2N}{\sqrt{3}} \ln(1 - r) \quad (\text{Equation I. 1})$$

où t_0 , t et sont respectivement l'épaisseur initiale des feuilles avant empilement et l'épaisseur après laminage. $r = \frac{t_0 - t}{t_0}$ est le taux de réduction d'épaisseur par cycle.

Comme la déformation équivalente correspondant à une réduction de laminage de 50% est d'environ 0,8, la contrainte totale appliquée après N cycles d'ARB est simplement de 0,8 N. Il est intéressant de noter que le nombre de couches dans le produit final après N cycles devient 2^N . Ainsi, 1024 couches sont incluses dans la plaque finale d'une épaisseur de 1 mm après 10 cycles d'ARB. Cela signifie que l'épaisseur d'une feuille devient inférieure à 1 μm après 10 cycles.

1.2.2 Torsion sous haute pression

Le concept fondamental de la torsion sous haute pression et les études expérimentales sur les matériaux massifs traités sous haute pression ont été introduits pour la première fois par Bridgman en 1935, marquant le premier rapport scientifique sur cette méthode [19]. Percy Williams Bridgman a été récompensé par le prix Nobel de physique en 1946 pour son invention d'une machine capable de générer des pressions extrêmement élevées et pour les découvertes qu'il a faites dans le domaine de la physique des hautes pressions grâce à cet appareil [25].

La Figure I. 3 montre le schéma de principe du dispositif HPT. Un échantillon en forme de disque est inséré entre deux parties et soumis à une haute pression. La contrainte de torsion est induite en faisant tourner l'enclume supérieure ou inférieure, générant un couple sur la section transversale de l'échantillon en raison du frottement entre les surfaces de contact de l'échantillon et des enclumes. La déformation de cisaillement tangentielle se produit à l'intérieur de l'échantillon jusqu'à ce que le nombre de tours souhaité soit atteint.

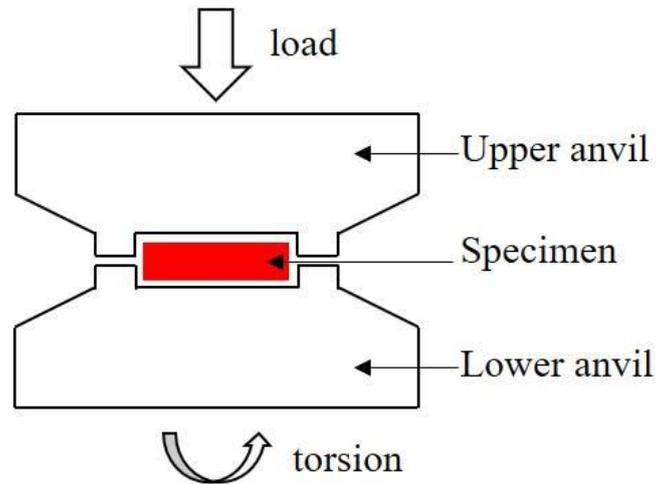


Figure I. 3 : Illustration de la technique HPT [26].

La méthode HPT crée un environnement sous haute pression, ainsi que des forces de frottement et de cisaillement, dans la zone de déformation de l'échantillon, qui sont utilisés pour affiner les grains.

La contrainte de cisaillement dans cette méthode est calculée comme :

$$\gamma = 2\pi rN/h \quad (\text{Equation I. 2})$$

où r est le rayon du disque, N est le nombre de tours et h est l'épaisseur du disque [25, 27].

La méthode HPT est considérée comme la méthode SPD la plus appropriée pour mener des études fondamentales pour deux raisons principales. Tout d'abord, elle permet de contrôler facilement les paramètres de traitement tels que la déformation, la vitesse de déformation, la pression et la température. Par exemple, la déformation de cisaillement peut être augmentée de manière incrémentielle jusqu'à 1 000 ou plus en ajustant l'angle de rotation [28]. De plus, la méthode HPT permet la manipulation d'une large gamme de matériaux y compris les matériaux durs et fragiles tels que le silicium ou le diamant, en raison de la forte pression appliquée pendant le processus [29]. Cependant, bien que HPT présente des avantages pour les études fondamentales, la taille des échantillons sévèrement déformés à l'aide de cette méthode est plus petite par rapport à d'autres méthodes, ce qui limite son applicabilité dans les contextes industriels.

1.2.3 Pressage ondulé sous contrainte

En 2002, Shin et ses collaborateurs ont mis au point la technique de pressage ondulé sous contrainte (CGP) [21].

Une illustration schématique d'un processus de CGP est présentée sur la Figure I. 4. Pour commencer, une paire de matrices dotées de rainures asymétriques étroitement alignées est préparée. L'échantillon est positionné entre ces matrices, et la compression est réalisée de manière à maintenir un espacement identique entre la matrice supérieure et la matrice inférieure, correspondant à l'épaisseur de l'échantillon. La région inclinée de l'échantillon (zone hachurée sur la Figure I. 4(b)) est soumise à une déformation pure de cisaillement sous une condition de déformation plane. Cependant, aucune déformation n'est induite dans la région plate (zone non hachurée sur la Figure I. 4(b)). Avec une matrice dont l'angle de rainure (θ) est de 45° , une seule pression produit une déformation de cisaillement de 1 dans la région déformée. Cela équivaut à une déformation effective ε_{eff} , de 0,58.

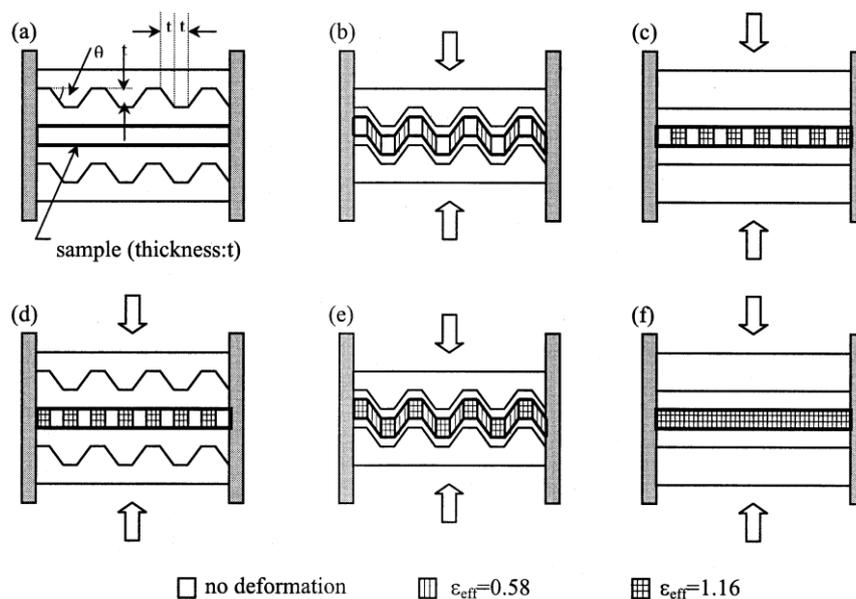


Figure I. 4 : Illustration schématique des étapes de la technique CGP [21].

Le deuxième pressage est effectué avec une matrice plate (Figure I. 4(c)). En pressant à plat l'échantillon, la région précédemment déformée subit une déformation de cisaillement inverse tandis que la région non déformée reste non déformée. Le cumul de la déformation, ε_{eff} , dans la région déformée après le deuxième pressage devient 1,16 (zone doublement hachurée dans la Figure I. 4(c)). Après la deuxième pression, l'échantillon est tourné de 180° (Figure I. 4(d)). Cela permet à la région non déformée de subir une déformation en raison de l'asymétrie de la matrice

rainurée. Ensuite, les pressages successifs avec une matrice rainurée (Figure I. 4(e)) et une matrice plane (Figure I. 4(f)) entraînent une contrainte effective homogène de 1,16 dans tout l'échantillon. En répétant le processus de CGP, une très grande quantité de déformation plastique peut être accumulée dans l'échantillon sans changer ses dimensions initiales, ce qui permet d'obtenir une structure à grains ultrafins.

1.3 Caractéristiques microstructurales des matériaux après SPD

Au cours des processus SPD, les matériaux sont soumis à des pressions élevées et à de grandes déformations, ce qui entraîne des changements significatifs dans leur microstructure. L'un des changements les plus couramment observés est l'affinement des grains à l'échelle submicronique ou nanométrique [11]. Le phénomène de diminution de la taille de grains a été largement étudié, et il est bien connu que ce processus finit par atteindre un niveau d'état stable à des niveaux de déformation élevés. Toutefois, il est encore essentiel de comprendre les phénomènes physiques et le mécanisme de saturation de la diminution de la taille des grains [30, 31].

Le traitement SPD est connu non seulement pour la formation de grains ultrafins avec une grande proportion de joints de grains à grands angles, mais aussi pour la création de divers types de défauts, tels que les macles, les dislocations, les fautes d'empilement et les lacunes [32, 33]. De plus, des caractéristiques microstructurales uniques, telles que la formation/dissolution de précipités [34] et le développement de texture [35, 36], sont également observées pendant le traitement SPD.

1.3.1 Mécanismes de formation des grains ultrafins

Au cours des dernières décennies, il y a eu une recherche intensive à travers le monde sur les matériaux métalliques avec des structures ultrafines (UFG), où la taille moyenne des grains est inférieure à 1 μm . Le développement des techniques SPD a permis une percée pour obtenir de telles structures. Il a été observé que la SPD peut produire des structures UFG dans une large gamme de métaux et d'alliages. Dans la métallurgie traditionnelle, la recristallisation lors du recuit suivant la déformation plastique est la principale méthode pour l'affinement des grains des matériaux métalliques [37]. Au contraire, dans le cas des matériaux traités par SPD, des structures UFG sont déjà observées dans les états déformés sans recuit.

Les Figure I. 5(a et b) montrent respectivement, des microstructures obtenues par microscopie électronique en transmission (TEM) de l'acier IF et l'aluminium pur (99%), tous deux traités par ARB après 6 cycles (déformation totale: $\varepsilon = 4,8$) [38]. Les deux matériaux présentent des structures lamellaires ultrafines avec un espacement moyen d'environ 200 nm selon la direction normal (DN)

En analysant l'évolution de la microstructure par EBSD, la formation des structures à grains ultrafins peut être expliquée par le mécanisme de subdivision des grains [37–40]. Ce mécanisme est représenté de manière schématique sur la Figure I. 5(c) [37, 38].

L'activation de plusieurs systèmes de glissement se produit dans les grains des matériaux polycristallins en raison de la présence de grains voisins. L'activation de différents systèmes de glissement entraîne diverses rotations cristallines locales et conduit donc au développement d'une désorientation entre les zones voisines. Ce processus conduit à la formation de joints de grains géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Boundaries, GNBs) [39, 40]. De nombreuses dislocations sont également stockées dans chaque domaine divisé par les GNB, et elles ont tendance à former des configurations à faible énergie appelées joints de dislocations incidentelles (Incidental Dislocation Boundaries, IDBs) [39, 40]. Avec une déformation plastique croissante, les grains initiaux sont subdivisés par des GNBs et des IDBs, et finalement, des structures plus fines subdivisées à l'échelle nanométrique sont formées lors de la SPD.

Au cours des dernières années, il a été découvert que certains métaux et alliages tels que le cuivre [41, 42], le magnésium [43], le titane [44], les aciers à haute teneur en manganèse [45–47], les alliages à base de Cu [48], les alliages à base de Mg, les alliages à base de Ti [49] et les alliages à entropie moyenne [50, 51] peuvent présenter des structures ultrafines entièrement recristallisées avec des tailles de grains submicroniques lors d'un traitement de recuit. Des exemples de structures UFG entièrement recristallisées dans l'acier Fe-22Mn-0,6C (en % en poids) [46] et l'alliage équiatomique de moyenne entropie CoCrFeNi sont présentés sur les Figure I. 5(d et e).

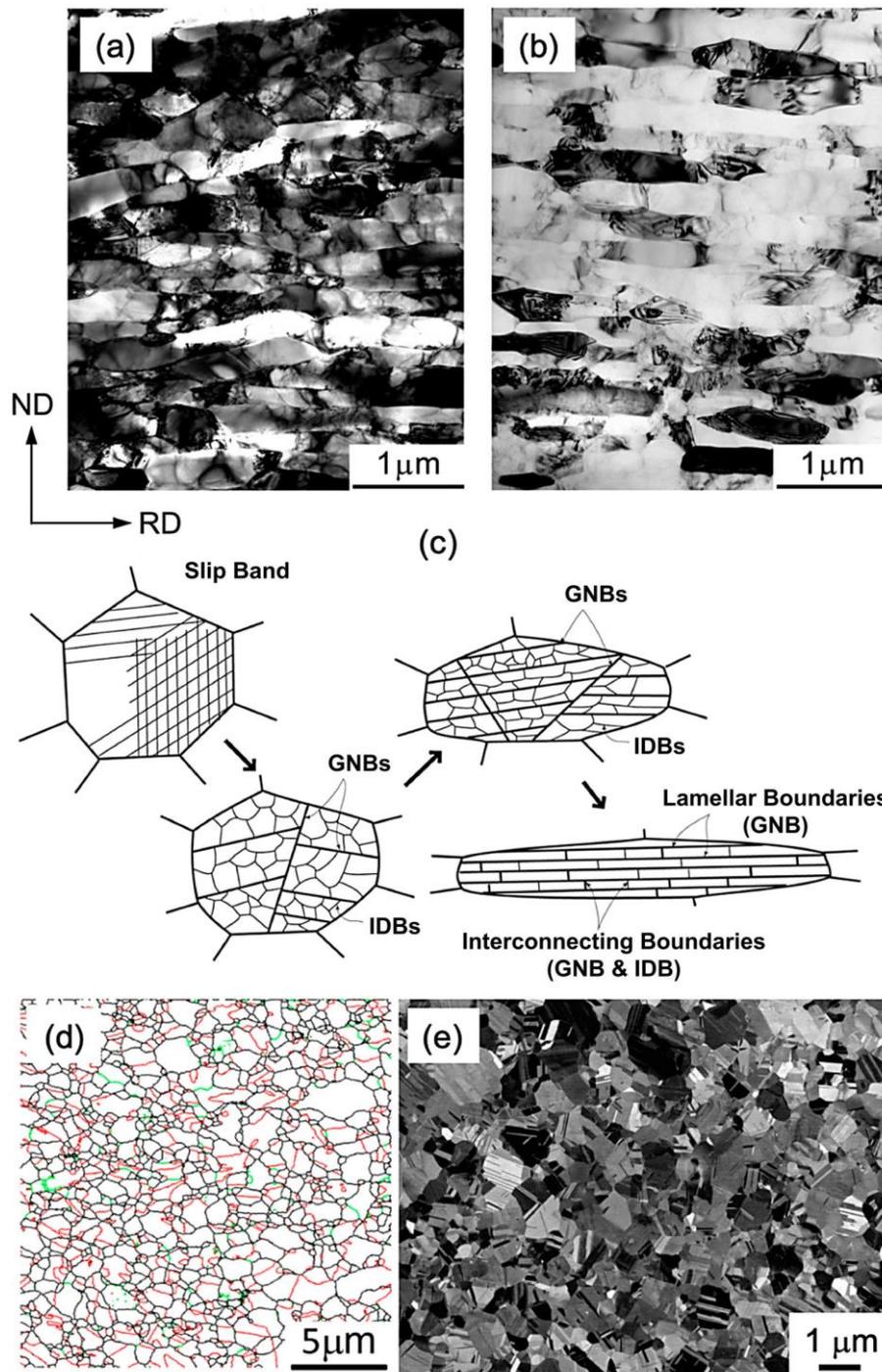


Figure I. 5 : Microstructure TEM de (a) l'acier IF traité par 6 cycles ARB à 500°C et (b) AA1100 traité par 6 cycles ARB à RT [38]. (c) Schématisation de la formation d'une structure lamellaire [31, 52]. (d) Structures ultrafines recristallisées de l'acier Fe-22Mn-0.6C [46] et (e) microstructure recristallisée de l'alliage CoCrFeNi .

Ces deux alliages présentent des structures entièrement recristallisées avec des tailles de grains de plusieurs centaines de nanomètres. Il a également été démontré que les métaux UFG entièrement recristallisés présentent un bon équilibre entre une résistance élevée et une grande ductilité [53]. Ces résultats sont pertinents pour le projet de thèse en cours, et une investigation plus poussée de l'effet des recuits à différentes températures et pour de courtes durées pourrait aboutir à des résultats significatifs.

1.3.2 Défauts linéaires et planaires

Les défauts tels que les lacunes, les dislocations, les fautes d'empilement et de macles, ainsi que les joints de grains, influencent considérablement les propriétés mécaniques des matériaux métalliques. Les techniques SPD conduisent au développement d'une quantité élevée de défauts. Par conséquent, l'étude de leur évolution pendant le processus SPD et la compréhension de leur influence sur le comportement mécanique sont essentielles pour développer des matériaux aux performances mécaniques améliorées. L'analyse quantitative des défauts de réseau est un facteur clé pour aborder les relations entre les propriétés physiques/mécaniques et la microstructure. Certaines tentatives de description quantitative des défauts induits par les procédés de SPD ont été publiées à la fin des années 1990 et au début des années 2000 en utilisant la méthode de diffraction des rayons X [54–56], bien qu'il y ait eu des tentatives antérieures sur cette question dès les années 1970 [57]. Très rapidement, il est devenu évident que des méthodes indirectes telles que la spectroscopie d'annihilation des positons [58] et l'analyse du profil des raies de diffraction des rayons X sont très efficaces pour mesurer la densité de dislocations dans les matériaux traités par SPD. Ces techniques ont révélé que la concentration de lacunes et la densité de dislocations après SPD peuvent atteindre respectivement, des valeurs élevées de 10^{-4} à 10^{-3} et 10^{16} m^{-2} [59–61].

Un effort de recherche considérable a été déployé pour déterminer l'effet des paramètres physiques du matériau (par exemple, le point de fusion et l'énergie de défauts d'empilement) et celui des conditions de traitement (par exemple, le mode de déformation et la température de déformation) sur le type et les densités de défauts de réseau [62].

Il a été démontré qu'une valeur faible de l'énergie de défauts d'empilement entraîne également une probabilité plus élevée de défauts de macles. Cependant, la taille des grains influence également l'apparition des macles (Figure I. 6b) [32]. Il a également été révélé qu'à l'état de saturation, la fraction de joints de grains à grand angle était élevée, atteignant 60 à 80 % pour

les matériaux traités par SPD. Cette fraction est légèrement influencée par la teneur en solutés [63, 64]. Parmi les techniques de SPD, la méthode HPT produit la plus grande concentration de lacunes, la plus grande densité de dislocations, la plus grande probabilité de défauts de macles et la plus grande surface de joints de grains (c'est-à-dire la plus petite taille de grains), car une grande pression hydrostatique appliquée peut entraver l'annihilation des défauts pendant le processus HPT [33, 65].

Pour obtenir les propriétés mécaniques et fonctionnelles souhaitées des matériaux avec des grains ultrafins, la structure des défauts peut être ajustée en sélectionnant les conditions de l'hyperdéformation par SPD et le traitement post-SPD. Des études récentes ont montré qu'un recuit à des températures modérées peut entraîner un durcissement supplémentaire des matériaux traités par SPD [41, 66, 67]. Cet effet peut s'expliquer par l'annihilation des dislocations mobiles et le réarrangement des dislocations restantes en une configuration plus groupée. L'augmentation de la teneur en solutés dans les matériaux traités par SPD réduit l'effet du durcissement induit par le recuit, principalement parce que les atomes de solutés peuvent entraver l'annihilation et le réarrangement des dislocations [66].

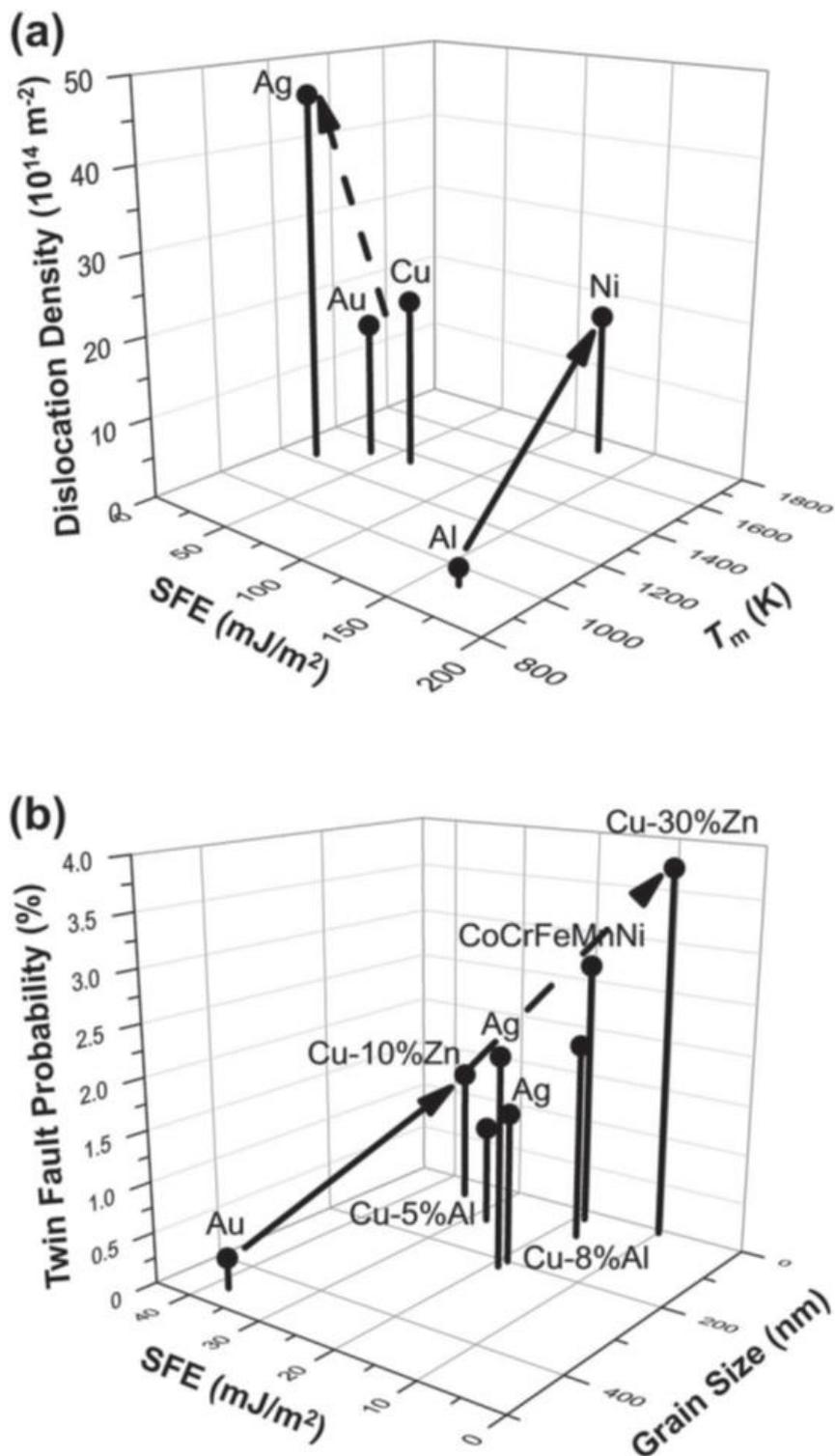


Figure I. 6 (a) Densité maximale de dislocations en fonction du T_m et de l'énergie des défauts d'empilement (b) Probabilité des macles en fonction de l'énergie des défauts d'empilement et de la taille des grains pour les métaux cfc purs traités par ECAP à température ambiante [32].

I.4. Magnétisme et matériaux magnétiques

I.4.1 Origine du magnétisme

L'origine du magnétisme est le dipôle magnétique atomique. Ce dipôle est généré par le mouvement des électrons dans les couches électroniques qui peut être assimilé à une spire de courant, produisant ainsi un champ magnétique. A l'échelle atomique, chaque électron contribue à générer un moment magnétique par son spin et son moment orbital autour du noyau atomique. Les moments magnétiques de tous les électrons s'additionnent dans une somme vectorielle des moments de chaque électron. Si cette somme est différente de zéro, l'atome a un moment magnétique dipolaire. Pour caractériser macroscopiquement le magnétisme d'une substance, on utilise l'aimantation qui est définie comme le moment magnétique par unité de volume [68, 69].

On peut modifier l'aimantation des matériaux en appliquant un champ magnétique. La réponse d'un matériau au champ magnétique appliqué est caractérisée par la susceptibilité magnétique χ qui correspond au rapport entre l'aimantation (M) et le champ magnétique appliqué (H) :

$$\chi = \frac{M}{H} \quad \text{Equation I. 3}$$

En utilisant la susceptibilité magnétique, il est possible de classer les métaux en fonction de leur valeur χ .

a) ($\chi < 0$) : Les substances diamagnétiques sont caractérisées par un moment magnétique nul. La réponse de l'aimantation en fonction du champ appliqué est linéaire et se manifeste par l'apparition d'une aimantation induite opposée en signe au champ appliqué. La variation de l'aimantation avec le champ appliqué est présentée sur la Figure I. 7.

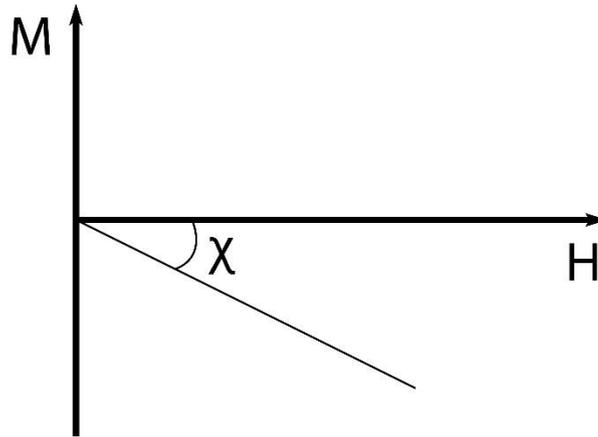


Figure I. 7 : Evolution de l'aimantation (M) en fonction du champ magnétique appliqué (H) pour un matériau diamagnétique [70]

Les matériaux diamagnétiques ont des couches électroniques complètement remplies, ce qui entraîne un moment magnétique atomique nul.

Certaines des substances diamagnétiques les plus connues comprennent le cuivre, l'or, l'argent, le mercure, le plomb, le graphite et le bismuth. Cependant, il est important de noter que tous les matériaux présentent une certaine forme de comportement diamagnétique, mais celui-ci est souvent éclipsé par d'autres comportements magnétiques [71].

b) $\chi > 0$: Dans ce cas, les matériaux ont un moment magnétique non nul par atome, condition remplie en général pour les atomes ayant un nombre impair d'électrons [68]. Les matériaux qui font partie de cette catégorie peuvent être classifiés de la manière suivante :

Les matériaux paramagnétiques [72] : Ils se caractérisent par l'absence d'interaction entre les moments magnétiques. En l'absence de champ magnétique, leur moment total est nul. L'aimantation induite par un champ magnétique appliqué est directement proportionnelle à l'intensité de ce champ. Leur susceptibilité évolue en fonction de la température selon une droite appelée droite de Curie.

$$\chi = \frac{C}{T} \quad \text{Equation I. 4}$$

Dans cette équation, T représente la température et C est la constante de Curie. Les Figure I. 8a et b illustrent l'évolution de l'aimantation en fonction de H et la représentation de la droite de Curie pour les matériaux paramagnétiques.

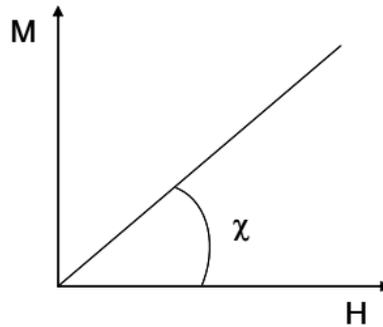


Figure I. 8 : Evolution de l'aimantation (M) en fonction du champ magnétique appliqué (H) pour un matériau paramagnétique [72]

Les matériaux ferromagnétiques : La théorie de Weiss explique le phénomène de ferromagnétisme par les interactions entre les moments magnétiques de spin des atomes, qui créent des régions d'aimantation à saturation appelées domaines de Weiss. Ces domaines magnétiques sont séparés par des parois de domaine (aussi appelées parois de Bloch) qui s'étendent sur plusieurs plans atomiques, et l'orientation des moments magnétiques atomiques varie de manière progressive d'un domaine à un autre. À l'intérieur d'un domaine, les moments magnétiques atomiques sont alignés parallèlement à l'axe de facile aimantation (Figure I. 12a) [73].

La réponse de l'aimantation en présence d'un champ magnétique externe est non linéaire pour les matériaux ferromagnétiques et elle augmente rapidement pour les champs faibles comme illustré sur la Figure I. 9b.

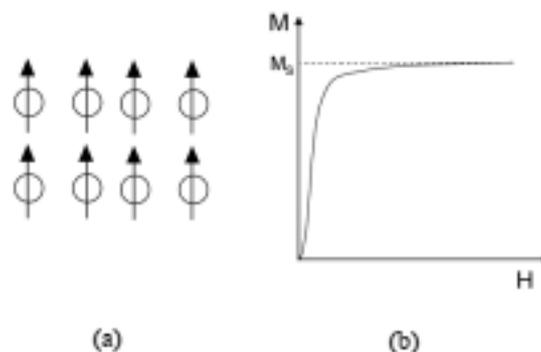


Figure I. 9 : (a) Illustration de l'alignement du moment magnétique atomique dans le réseau d'un matériau ferromagnétique. (b) Evolution de l'aimantation en fonction de l'amplitude du champ magnétique appliqué. [73].

Les matériaux antiferromagnétiques : Ce sont des matériaux dans lesquels les moments magnétiques de leurs atomes ou ions sont alignés antiparallèlement les uns aux autres (Figure I. 10). Cela signifie que les moments magnétiques des atomes adjacents sont orientés dans des directions opposées, ce qui donne un moment magnétique nul pour le matériau. Par conséquent, les matériaux antiferromagnétiques n'ont pas de propriétés magnétiques macroscopiques comme les matériaux ferromagnétiques. Au lieu de cela, ils présentent des propriétés magnétiques intéressantes qui découlent des interactions entre les moments magnétiques de leurs atomes constitutifs. Les matériaux antiferromagnétiques sont largement utilisés dans diverses applications telles que le stockage magnétique, la spintronique et l'informatique quantique.

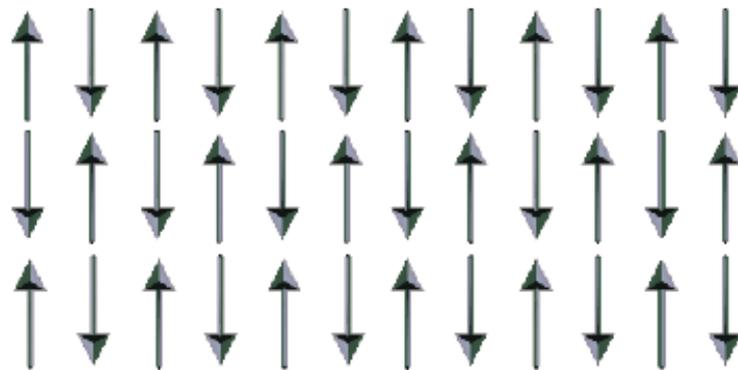


Figure I. 10 : Orientation des moments magnétiques atomiques dans un matériau antiferromagnétique [70].

Les matériaux ferrimagnétiques : Ces matériaux présentent une combinaison de propriétés ferromagnétiques et antiferromagnétiques. Dans ces matériaux, les moments magnétiques des atomes adjacents sont alignés dans des directions opposées (Figure I. 11), comme dans les matériaux antiferromagnétiques, mais les grandeurs de ces moments magnétiques sont inégales, comme dans les matériaux ferromagnétiques. En conséquence, les matériaux ferrimagnétiques ont un moment magnétique non nul, contrairement aux matériaux antiferromagnétiques. Ils présentent des propriétés magnétiques intéressantes et sont utilisés dans diverses applications telles que les supports d'enregistrement magnétique et les capteurs magnétiques.

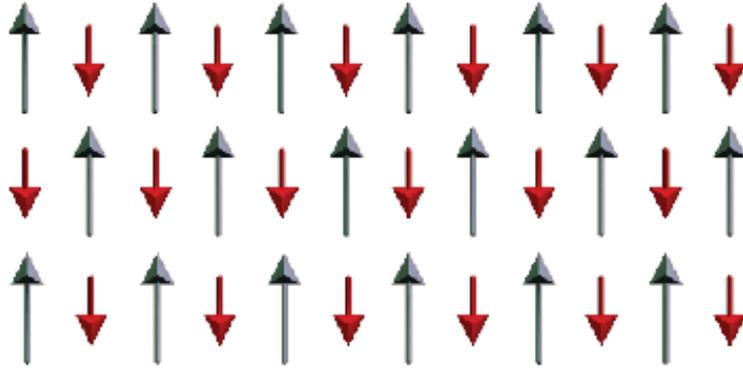


Figure I. 11 : Orientation des moments magnétiques atomiques dans un matériau ferrimagnétique [70].

I.4.2 Cycle d'hystérésis magnétique

La boucle d'hystérésis de la Figure I. 12 illustre la relation non linéaire et irréversible entre la densité de flux magnétique B et le champ magnétique externe appliqué H_{ext} . En général, il est nécessaire de corriger le champ externe en raison des effets du champ de démagnétisation. Dans le cas d'un circuit magnétiquement fermé uniquement, le champ externe coïncide avec le champ interne. Une boucle d'hystérésis typique pour un matériau ferromagnétique, représentée sur la Figure I. 12, montre les étapes suivantes : Le point O (origine) indique l'état initial désaimanté du matériau. L'augmentation progressive du champ appliqué (H_{ext}) dans la direction positive entraîne une expansion des domaines favorables du matériau dans la direction de H_{ext} , illustrée de O à d.

Lorsque le champ externe H_{ext} est suffisamment élevé, l'induction $B(H)$ dans le matériau atteint la saturation ($+B_s$) en alignant tous les domaines dans la direction de H_{ext} . La première courbe $B(H)$ de l'état démagnétisé O au point de saturation B_s est appelée la courbe de première aimantation de l'hystérésis $B(H)$.

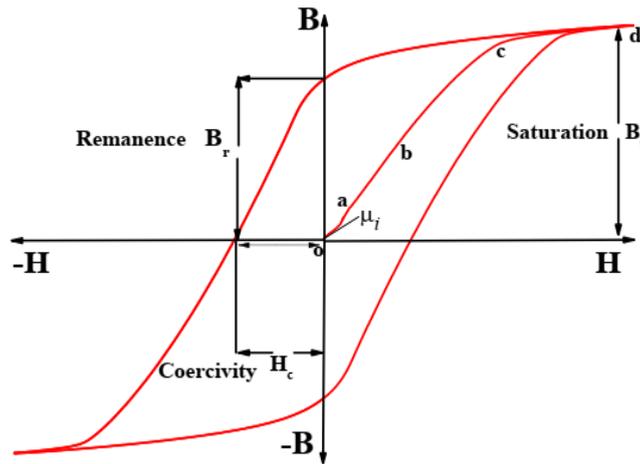


Figure I. 12 : Boucle d'hystérésis d'un matériau ferromagnétique [74].

Après la saturation, lorsque le champ externe (H_{ext}) est réduit à zéro, l'induction magnétique B ne revient pas à zéro mais reste dans un état qui est connu sous le nom de rémanence ($+B_r$).

Pour désaimanter le matériau, c'est-à-dire réduire B à zéro, le champ externe H_{ext} doit être appliqué dans la direction négative. Cette valeur négative de H_{ext} , où l'induction B devient nulle, est notée H_c et est appelée champ coercitif ou coercivité. Une augmentation ultérieure de H_{ext} dans la direction négative peut saturer le matériau, mais dans la direction opposée ($-B_s$). Si maintenant le champ H_{ext} négatif revient à zéro, le matériau retrouve une aimantation rémanente ($-B_r$). La boucle d'hystérésis tracée est appelée la boucle d'hystérésis majeure. Si le champ H_{ext} n'est pas suffisant pour saturer l'échantillon, une boucle est également formée, appelée boucle mineure [74].

I.4.3 Matériaux magnétiques

Du point de vue applicatif, les matériaux magnétiques peuvent être classés en tant que matériaux magnétiques durs (aimants permanents) et matériaux magnétiques doux. Cette classification est basée sur la valeur du champ coercitif. La Figure I. 13 illustre la manière habituelle de distinguer ces deux types de matériaux.

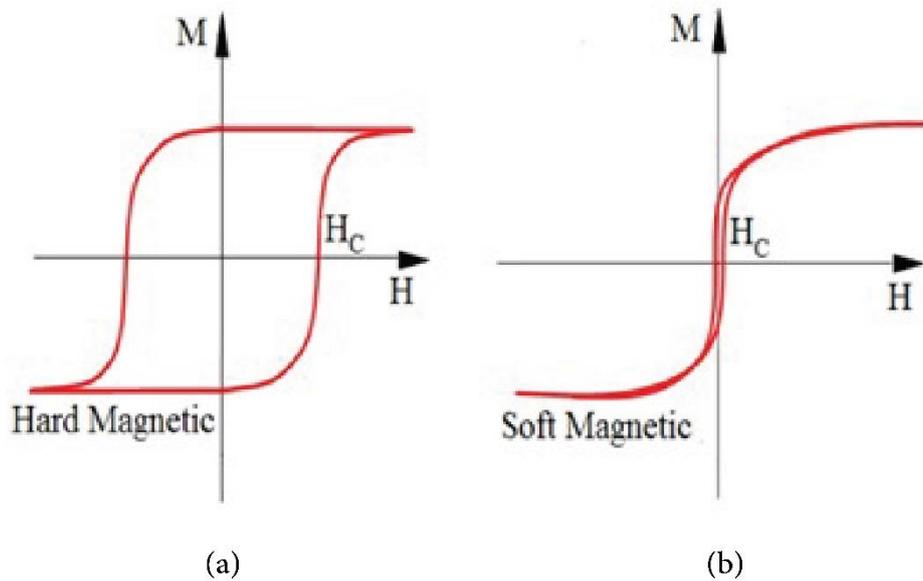


Figure I. 13 : Courbes d'hystérésis magnétiques pour un matériau doux et un matériau dur [74].

1.4.3.A Matériaux magnétiques durs

Les matériaux présentant une forte coercivité ($H_c > 10$ kA/m) sont appelés matériaux magnétiques durs. Un champ magnétique externe fort est nécessaire pour les aimanter à partir de leur état désaimanté (Figure I. 13(a)). Une fois aimantés, ils conservent leur aimantation même après le retrait du champ magnétique externe. Cette propriété des matériaux magnétiques durs est appelée rémanence ou magnétisme résiduel. Ces types d'aimants peuvent produire un champ statique fort allant jusqu'à 1 T. Des exemples de tels matériaux comprennent les alliages Fe-C, Alnico (un alliage d'Al, Ni et Co) et les intermétalliques tels que Sm-Co et Nd-Fe-B. Les aimants permanents à forte coercivité et rémanence sont utilisés dans les haut-parleurs, les moteurs, les générateurs et les capteurs, tandis que ceux à coercivité et rémanence modérées sont utilisés dans des applications comme pour la production de bandes vidéo et audio, de disques durs et de disquettes [74].

1.4.3.B Matériaux magnétiques doux

Les matériaux magnétiques doux sont ceux qui ont une coercivité inférieure à 1 kA/m, ce qui signifie qu'ils peuvent être facilement aimantés et désaimantés (Figure I. 13(b)). L'aire de la courbe d'hystérésis représente les pertes par cycle. Les processus d'aimantation et de désaimantation sont fortement dépendent de la fréquence. Un bon matériau magnétique doux est défini par une faible coercivité, de faibles pertes, une haute induction, et une haute perméabilité.

Les matériaux magnétiques doux sont largement utilisés dans les noyaux magnétiques des transformateurs, des générateurs, des moteurs, des inducteurs, des capteurs de champ, entre

autres. Ces matériaux sont également largement utilisés dans les systèmes électriques et électroniques tels que les ordinateurs, les systèmes d'enregistrement, etc. La boucle d'hystérésis des matériaux magnétiques doux est influencée par leur microstructure, en particulier lorsque la taille de grains approche la longueur d'échange magnétique, ce qui peut entraîner un couplage d'échange et une diminution significative de la coercivité. Les exemples de matériaux magnétiques doux comprennent les alliages Fe-Si, les alliages Fe-Al (Sendust), les alliages Fe-Co, les ferrites doux (matériaux céramiques) et les matériaux amorphes et nanocristallins (tels que FINEMET/VITROPERM, NANOPERM, etc.) [75].

En plus de tous ces matériaux, les permalloys correspondent au système binaire Fe-Ni à structure cubique face centrée, avec une proportion élevée (> 28–30% en poids de Ni) de Ni et des ajouts mineurs d'alliages. Au-delà de 40% de Ni, ces alliages présentent une perméabilité initiale relativement élevée, telle que 10 000 pour 50% de Ni, voire 100 000 pour 75–80% de Ni dans le cas des Permalloys [76]. L'alliage étudié dans cette thèse est le Mumetal (Fe-80%Ni-5%Mo, également connu sous le nom de Permimphy), réputé pour sa perméabilité exceptionnellement élevée (> 400 000) [77].

1.5.5 Modèle d'anisotropie aléatoire

Le comportement des matériaux magnétiques doux peut être affecté par plusieurs facteurs [78–80]. L'un des facteurs les plus connus est la taille de grains (ou des particules). Le modèle d'anisotropie aléatoire établit la relation entre la taille de grains et la coercivité magnétique des alliages magnétiques doux. Ce modèle a été initialement élaboré par Alben et al. [81] pour les matériaux magnétiques amorphes, basé sur le modèle antérieur de Sarkar [82]. Par la suite, Herzer [7, 83, 84] a poussé plus loin ce modèle pour englober les matériaux nanocristallins. Le FINEMET amorphe a été soumis à des traitements thermiques compris entre 500 °C et 900 °C, ce qui a abouti à une plage de taille de grains allant de 10 nm à 300 nm. On a alors constaté qu'avec l'augmentation de la taille de grains D , de 10 nm à 50 nm, la coercivité suivait une loi en D^6 . Ensuite, la coercivité diminue pour des taille de grains supérieures à 150 nm, conformément à la loi en $1/D$ pour les matériaux polycristallins [7]. Cette observation est illustrée sur la Figure I. 14

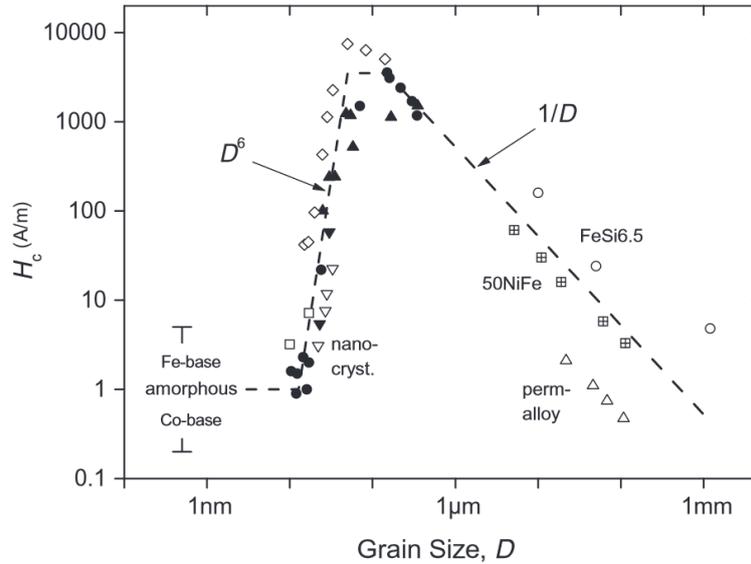


Figure I. 14 : Coercivité H_c en fonction de la taille de grains D pour divers alliages magnétisme doux : Fe-Nb-Si-B (triangles pleins) [7], Fe-Cu-Nb-Si-B (FINEMET) (cercles pleins)[7, 85], Fe-Cu-V-Si-B (nablas pleins [85] et triangles ouverts vers le bas [86]), Fe-Zr-B (carrés ouverts) [87], Fe-Co-Zr (diamants ouverts) [88], alliages NiFe (+ carrés centraux et triangles ouverts) [89] et Fe-6,5 % en poids de Si (cercles ouverts) [90]. (Reproduit de Herzer [85].)

Les caractéristiques magnétiques des matériaux ferromagnétiques sont intrinsèquement liées à leur structure cristalline, car l'aimantation cherche à suivre l'axe de facile aimantation de cette structure. Cet effet est décrit par l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline. La microstructure engendre une distribution d'axes de facile aimantation, où les moments magnétiques modifient leur orientation sur l'échelle de la longueur de corrélation structurale. Cette longueur de corrélation structurale est déterminée par la taille de grains D du matériau. Dans le cas des matériaux polycristallins dotés de gros grains, l'aimantation suit les directions magnétiques faciles individuelles des unités structurales. Ainsi, dans cette situation l'aimantation est régie par la constante d'anisotropie magnéto-cristalline locale K_1 des grains [91].

Cependant, lorsque la taille de grains passe en dessous d'une certaine valeur, elle devient équivalente (voire même plus petite) que la longueur de l'interaction d'échange ferromagnétique. Cela déclenche une compétition entre l'énergie d'échange et l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline. En conséquence, l'anisotropie effective qui régit le comportement magnétique devient une moyenne à travers plusieurs grains, ce qui entraîne une réduction de son amplitude.

Le point critique auquel l'énergie d'échange commence à contrebalancer l'énergie d'anisotropie magnéto-cristalline est défini par la longueur d'échange ferromagnétique :

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K_1}} \quad \text{Equation I. 5}$$

où A représente la rigidité d'échange et K_1 désigne l'anisotropie magnéto-cristalline. L_{ex} est d'une importance primordiale car elle régit la largeur de la transition entre les domaines magnétiques.

En conséquence, la taille de grains (D) joue un rôle crucial car elle influe sur la mobilité des parois de domaines magnétiques et sur le degré de défauts cristallographiques tels que les dislocations, les fautes d'empilement et les joints de grains. Le modèle d'Herzer [75] indique que les matériaux polycristallins classiques avec une grande taille de grains présentent une dépendance en $1/D$, tandis que les matériaux nanocristallins et amorphes ont une proportionnalité qui va jusqu'à la puissance 6 de la taille de grains. L'origine de cela réside dans la suppression des anisotropies magnéto-cristallines aléatoires dues à l'interaction d'échange. Ce mécanisme devient opérationnel lorsque les valeurs de D sont inférieures à la longueur d'échange ferromagnétique L_{ex} [92]. Les valeurs typiques de L_{ex} sont de 5 à 10 nm pour les alliages à base de Co et de 20 à 40 nm pour les alliages à base de Fe. Pour le Mumetal, la longueur d'échange est de 1 à 3 μm [89]. Cela en fait un candidat approprié pour examiner l'éventuelle transition de l'augmentation à la diminution de H_c avec la taille de grains, ce qui pourrait conduire à une découverte nouvelle majeure pour les alliages entièrement polycristallins et à la création de matériaux magnétiques doux mais mécaniquement résistants à cause de leurs microstructures submicroniques/nanométriques.

II.1 Matériau utilisé

Dans cette étude, l'alliage utilisé est le Mumetal, un alliage magnétique doux à base de nickel-fer, dont les propriétés sont adaptées à diverses applications surtout dans les blindages de bases fréquences, également comme noyaux dans les disjoncteurs différentiels. Les tôles utilisées pour cette étude ont une épaisseur de 1 mm et ont été fournies par APERAM Alloys Imphy en France. La composition chimique du Mumetal est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1 : Composition chimique de Mumetal

Composition chimique (en poids %)			
	Ni	Mo	Fe
Valeurs typiques [77]	80	5	Bal

II.2 Procédés d'élaboration

II.2.1 Multi-Colaminage (ARB)

Les tôles de MumetalTM (Fe-80Ni-5Mo wt.%) ont été utilisées pour préparer des bandes de 15 mm de largeur et 80 mm de longueur. Deux bandes sont superposées et percées de deux trous à l'avant et un trou sur l'arrière. Les échantillons sont ensuite plongés dans l'acétone et les surfaces qui forment l'interface sont vigoureusement essuyées puis brossées mécaniquement avec une brosse en acier inoxydable. Les échantillons sont de nouveau empilés et fixés à l'aide de fils de fer introduits dans les trous. Le laminage est effectué à 350°C réalisée à l'Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est. L'échantillon est alors introduit dans un four sous air à cette température pendant 15 minutes puis laminé aussitôt.

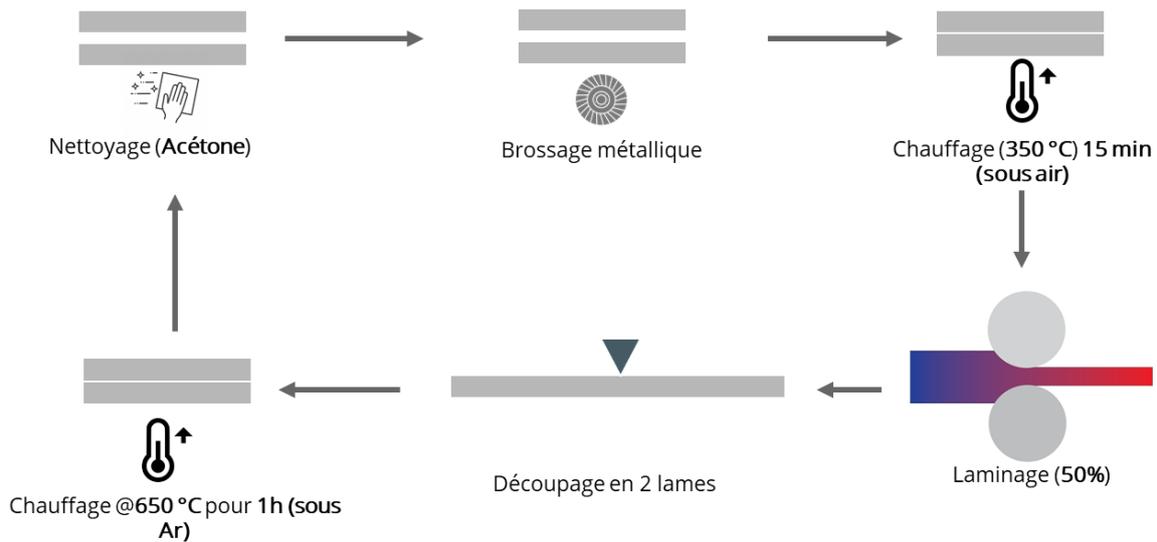


Figure II. 1 : Illustration du protocole du processus ARB.

Dans notre étude, nous avons constaté qu'après le deuxième cycle, les échantillons ont tendance à se fracturer sur les bords (Figure II. 2). Pour éviter cela, nous coupons les bords des échantillons après chaque cycle et nous effectuons un traitement thermique intermédiaire sous argon (pour éviter l'oxydation) de 650°C pendant 1h afin de minimiser les contraintes résiduelles induites par la déformation plastique.



Figure II. 2 : Fracture des échantillons après ARB sans traitement thermique.

II.2.2 Torsion sous haute pression (HPT)

Des disques d'une épaisseur d'environ 0,85 mm et de 10 mm de diamètre ont été découpés par électro-érosion (Figure II. 3 (a)). Ces disques ont été déformés par HPT à température ambiante en effectuant un total de 1/2, 2, 5, 10 et 20 tours, en utilisant une pression imposée de 6,0 GPa, une vitesse de rotation de 1 tr/min. Les essais ont été réalisés dans des conditions quasi-contraintes [93], pour lesquelles il y a un petit écoulement de matière à la périphérie du disque pendant l'opération de déformation (Figure II. 3 (b)).

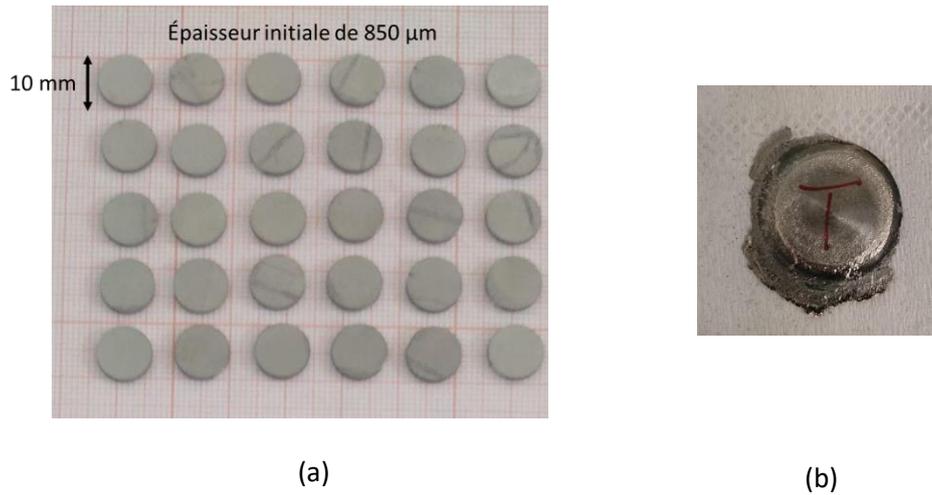


Figure II. 3 : Échantillons pour l' HPT : (a) avant HPT et (b) après HPT.

II.2.3 Procédé de pressage ondulé sous contrainte (CGP)

Le système utilisé pour les essais de CGP à chaud est présenté dans la Figure II. 4. L'échantillon est placé entre deux matrices, qui sont ensuite insérées dans un four spécialement conçu pour cette expérience. Le système a été pressurisé avec un contrainte maximum de 24 MPa pour effectuer les différentes étapes de la CGP.

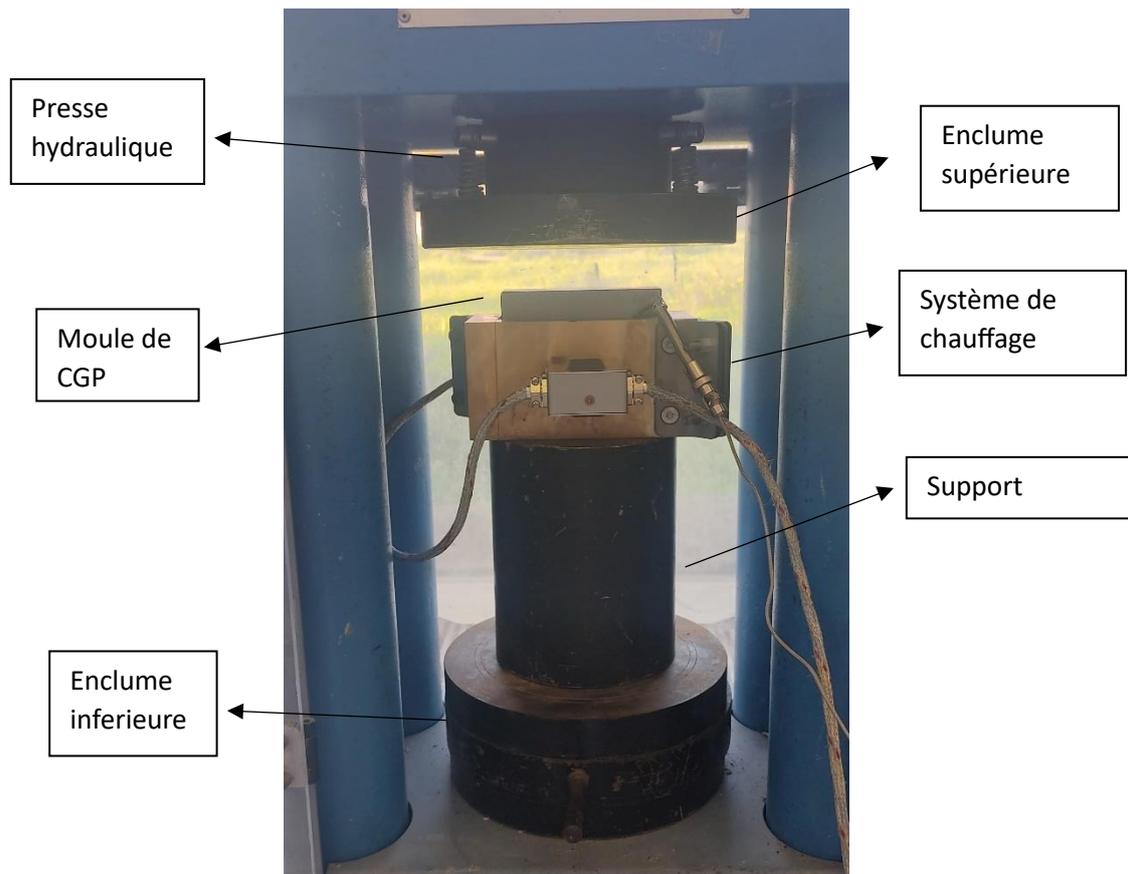


Figure II. 4 : Photographie représentant le dispositif expérimental du procédé CGP.

Un des problèmes rencontrés était la dissipation de la chaleur due au contact du système de chauffage avec le système externe. Pour minimiser ce phénomène, une couche spéciale réfractaire (de base de laine de verre) a été placée sous le four. Le processus de CGP n'a été répété que deux fois car l'échantillon a tendance à se fissurer sous une déformation supplémentaire (Figure II. 5) probablement en raison de sa fragilité.

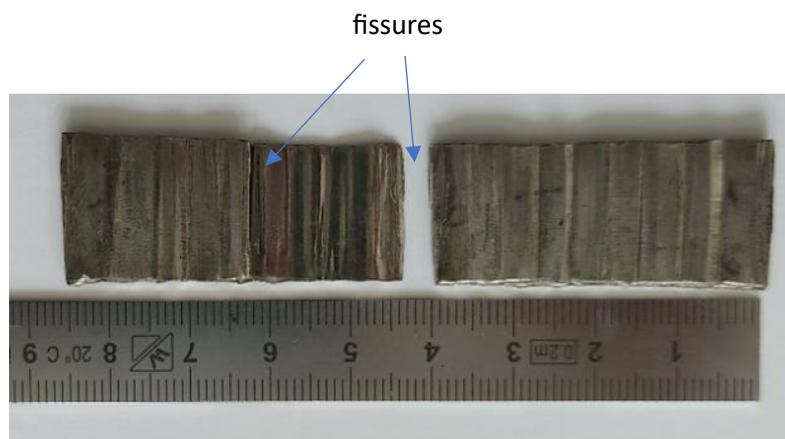


Figure II. 5 : Echantillon de Mumetal fissuré après CGP.

Les matrices ont été réalisées par électroérosion (Fil sur machine Charmilles ROBOFIL 200) au sein d'un atelier mécanique à Alger. Le matériau utilisé pour l'usinage des moules est l'acier spécial 55NiCrMoV7 (de nomenclature N° DIN63 12714). Les détails géométriques de la matrice rainurée sont :

- Angle de la rainure ($\theta = 45^\circ$)
- Largeur de la rainure = 4mm
- Hauteur de la rainure = 4mm
- Distance d'interface entre les rainures = 2mm.

Les échantillons ont été découpés sous forme de bandes rectangulaires de 80 mm × 20 mm × 1 mm³.

II.3 Techniques de caractérisation

Après la phase d'élaboration à l'aide des trois méthodes présentées, de nombreuses analyses ont été menées afin d'analyser la microstructure, la texture, les propriétés mécaniques et magnétiques des échantillons. Nous décrivons toutes ces techniques et méthodes dans les paragraphes suivants.

II.3.1 Préparation des échantillons pour les mesures de dureté et DRX

Toutes les observations en microscopie aussi bien optique (MO) qu'électronique à balayage ainsi que les tests de microdureté et les analyses par diffraction des rayons X (DRX) demandent un polissage préalable. Les analyses ont été réalisées sur la tranche (plan RD/ND, Rolling et Normal Directions) pour les échantillons après ARB et CGP (Figure II. 8a), ou bien sur la surface (plan RD/SD, Radial et Shear-cisaillement Directions) pour les échantillons après HPT (Figure II. 6b). La première étape est un polissage mécanique avec les papiers SiC de 800, 1000, 1200 et 2400. Ensuite, l'échantillon subit un polissage diamant de 3 μm puis 1 μm . Ce polissage est suffisant pour la microdureté. À chaque affinement du polissage, l'échantillon est nettoyé à l'éthanol dans un bain à ultrasons et séché à l'air comprimé. Pour les observations en MO, une attaque chimique appropriée est nécessaire. Dans notre cas, la solution chimique commerciale "Nital" a été utilisée pendant 5 min, puis les échantillons sont nettoyés dans une solution d'éthanol. Pour les analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction), une dernière étape consiste en un électro-polissage. Ce dernier est effectué avec la solution A2 de Struers, à 20V, pendant 15 s à température ambiante.

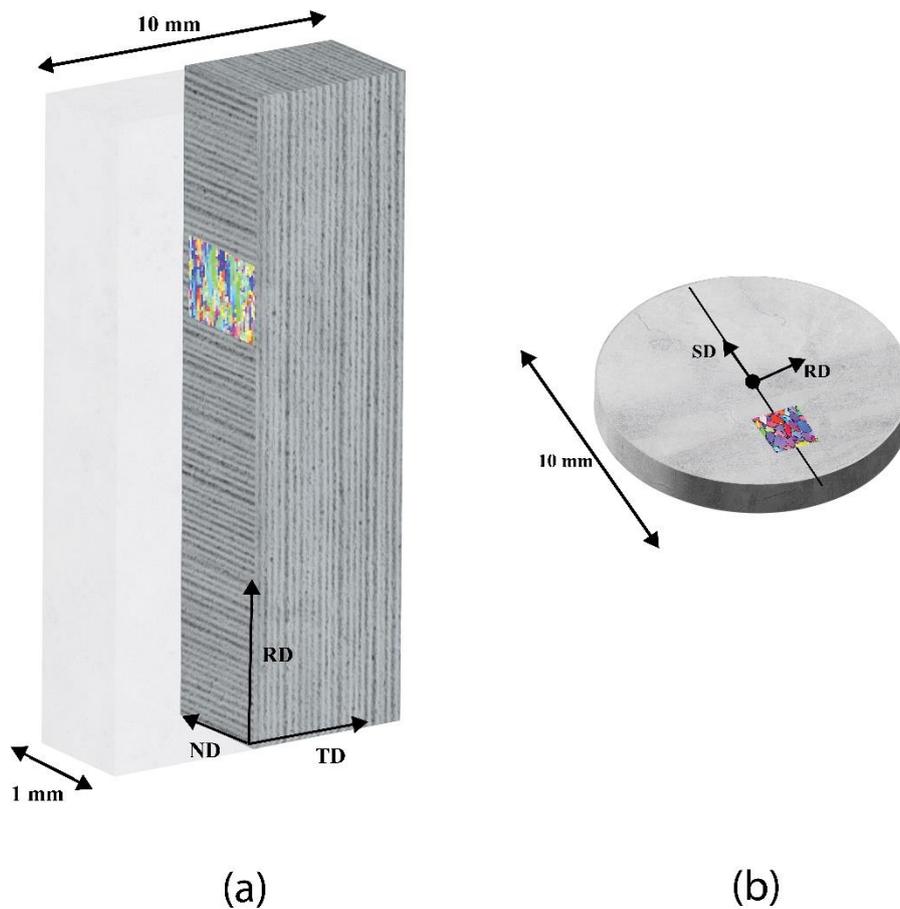


Figure II. 6 : Présentation schématique des échantillons (a) ARB et CGP, (b) HPT pour les mesures EBSD.

II.3.2 Essai de microdureté

Les essais de microdureté Vickers ont été réalisés sur la tranche (RD-ND) des échantillons pour l'ARB et le CGP, et sur la surface SD-RD des échantillons d'HPT. Un microduromètre SHIMADZU HMV-G Series (Figure II. 7) a été utilisé avec une charge de 100 g et un temps de maintien de 10 s. Pour chaque échantillon, au moins 8 mesures ont été effectuées.



Figure II. 7 : Microduromètre SHIMADZU HMV-G (ICMMO).

II.3.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La technique MEB, en anglais SEM (Scanning Electron Microscopy) est une méthode d'imagerie électronique qui permet de visualiser des surfaces de matériaux à une échelle très fine. Le MEB utilise un faisceau d'électrons pour sonder la surface d'un échantillon, produisant des images qui peuvent être utilisées pour étudier la microstructure des matériaux.

Le principe de fonctionnement du MEB est basé sur la génération d'électrons à partir d'un filament chauffé qui sont accélérés à haute énergie. Ces électrons sont ensuite dirigés vers l'échantillon à travers un système de lentilles électroniques et de diaphragmes. Lorsque les électrons frappent la surface de l'échantillon, ils interagissent avec les atomes et les molécules, provoquant l'émission d'autres électrons qui sont collectés par un détecteur pour produire une image de l'échantillon.



Figure II. 8 : MEB-FEG Zeiss Supra 55VP (ICMMO, Uni. Paris-Saclay)

Le MEB est une technique très utile pour l'analyse de la microstructure des matériaux, car il permet d'obtenir des images à haute résolution de la surface de l'échantillon, révélant des détails jusqu'à l'échelle nanométrique. Le microscope électronique à balayage utilisé au laboratoire ICMMO est un MEB-FEG (Field Emission Gun) Zeiss Supra 55VP (Figure II. 8). Il est équipé d'un système d'analyse EBSD.

II.3.4 Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

La technique EBSD est une méthode de caractérisation de la microstructure des matériaux qui utilise les interactions des électrons rétrodiffusés par la surface d'un échantillon pour obtenir des informations sur l'orientation cristallographique des grains. L'EBSD est souvent utilisé conjointement avec la microscopie électronique à balayage (SEM) pour produire des images et des cartographies d'orientations cristallographiques de la microstructure des échantillons.

Le principe de fonctionnement de l'EBSD est basé sur la diffraction des électrons qui se produisent lorsqu'ils interagissent avec les atomes de la structure cristalline de l'échantillon. Les électrons rétrodiffusés, qui ont des longueurs d'onde et des angles de diffraction caractéristiques, sont collectés par un détecteur et analysés pour déterminer l'orientation cristallographique de chaque grain de l'échantillon. L'EBSD est particulièrement utile pour l'analyse de la microstructure des matériaux, car il peut fournir des informations sur la taille, la forme et l'orientation des grains, ainsi que sur la présence de défauts tels que les dislocations. Cette technique est également utilisée pour caractériser les textures cristallographiques des échantillons.

L'acquisition et l'analyse des données EBSD ont été réalisées à l'aide du logiciel OIM™ (Orientation Imaging Microscopy). Les données subissent un nettoyage (Cleaning) pour réindexer les pixels isolés et leur donner l'orientation adéquate c'est-à-dire celle du grain le plus proche. La taille de grains a été obtenue en utilisant un angle de tolérance de grain de 5° et un nombre minimum de 5 pixels. Dans les cartographies EBSD, les joints avec des désorientations de plus de 15 ° sont définis comme étant des joints de grains à grand angle (HAGB, pour « High Angle Grain Boundarie ») et ceux avec des désorientations de 2 à 15 ° comme des joints de grains à faible angle (LAGB, pour « Low Angle Grain Boundarie »). L'analyse quantitative de la texture a été réalisée en calculant la fonction de distribution des orientations (ODF, pour « Orientation Distribution Fonction ») et les figures de pôles en utilisant toujours le même logiciel.

II.3.5 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique non-destructive largement utilisée pour caractériser la structure cristalline des matériaux. La diffraction des rayons X peut être utilisée pour mesurer indirectement la densité de dislocations en analysant l'élargissement des pics du diagramme de diffraction. L'élargissement des pics est dû à la présence de défauts tels que des dislocations, des défauts d'empilement et des joints de grains, qui causent des variations de l'espacement de la maille cristalline. L'élargissement des pics augmente avec l'augmentation de la densité de dislocations et le degré d'élargissement peut être utilisé pour estimer la densité de dislocations dans le matériau.

Une méthode couramment utilisée pour estimer la densité de dislocations à partir des données de diffraction des rayons X est l'analyse de la courbe de Williamson-Hall, qui consiste à tracer la largeur totale à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction en fonction du carré du sinus de l'angle de Bragg. La pente de l'ajustement linéaire donne une estimation de la densité de dislocations dans le matériau [94]. L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée avec un rayonnement Cu-K α et un pas de mesure de 0,02 μm .

L'équation de Williamson Hall utilisée pour mesurer la micro-contrainte est la suivante :

$$\beta \frac{\cos\theta}{\lambda} = \frac{0.9}{D} + \varepsilon \frac{2 \sin\theta}{\lambda} \quad \text{Equation II. 1}$$

où ε est la micro-contraint, D est la taille moyenne des cristallites, λ est la longueur d'onde des rayons X, θ est l'angle de rayonnement et β est la largeur à mi-hauteur (FWHM) [95] .

II.3.6 Analyse des propriétés magnétiques par VSM

Le magnétométrie à échantillon vibrant (VSM pour Vibrating Sample Magnetometry) est une méthode couramment utilisée pour caractériser les propriétés magnétiques des matériaux [96]. Le VSM mesure l'aimantation d'un échantillon en réponse à un champ magnétique appliqué et fournit des informations sur des propriétés telles que la coercivité, la saturation magnétique et la susceptibilité magnétique. Dans ce système, un petit échantillon d'environ 5 mm de diamètre est introduit dans un champ magnétique externe constant et uniforme qui induit une magnétisation dans l'échantillon. La vibration de l'échantillon magnétisé introduit des perturbations dans le champ magnétique externe. Un ensemble de bobines ou de capteurs de champ magnétique peuvent être disposés autour de l'échantillon pour mesurer ces perturbations. La coercivité est l'une des propriétés magnétiques les plus importantes mesurées par VSM. Elle correspond au champ magnétique externe nécessaire pour annuler l'aimantation de l'échantillon et est une mesure de la résistance de l'échantillon à l'aimantation réversible. Pour mesurer la coercivité d'un matériau à l'aide de VSM, on applique d'abord un champ magnétique croissant jusqu'à la saturation magnétique, puis on diminue progressivement le champ magnétique jusqu'à ce que l'aimantation de l'échantillon soit réduite à zéro. La valeur du champ magnétique nécessaire pour annuler l'aimantation de l'échantillon est la coercivité. Les boucles d'aimantation à température ambiante en fonction du champ magnétique appliqué $M(H)$, ont été mesurées dans un magnétomètre à échantillon vibrant MICROSENSE modèle VSM EZ9 (Figure II. 9) entre ± 25 kOe pour assurer la saturation des échantillons. Jusqu'à 450 points expérimentaux ont été collectés pour chaque boucle $M(H)$.



Figure II. 9 : VSM MICROSENSE EZ9 (Plateau technique, USTHB)

CHAPITRE III : IMPACT DE LA DEFORMATION PLASTIQUE SEVERE ET DU RECUIT SUR LA MICROSTRUCTURE, LA MICRODURETE ET LA TEXTURE DU MUMETAL

Introduction

Ce chapitre présente les résultats suite à la caractérisation de l'alliage Mumetal hyperdéformé par trois techniques différentes de déformation plastique sévère. Notons que ces trois techniques n'ont jamais été utilisées dans la littérature pour l'alliage Mumetal examiné dans cette étude.

Dans la première partie, les échantillons élaborés par la méthode ARB ont été analysés en termes de microstructure (taille de grains, densité de dislocations, ...), de texture et de propriétés mécaniques.

La partie suivante concerne l'utilisation de l'HPT visant à obtenir la plus petite taille de grains possible, ce qui conduit à des valeurs de microdureté optimales pour cet alliage.

La troisième partie du chapitre se concentre sur le CGP. Dans cette thèse, le CGP a été réalisé à chaud pour faciliter le processus de déformation.

La dernière partie est consacrée à l'étude de la microstructure de recuit après ARB et HPT.

III.A. Déformation plastique sévère par ARB

III.A.1 Influence de l'ARB sur la microstructure

La cartographie d'orientations des grains de l'état initial est présentée sur la Figure III. 1(a). La microstructure est composée de grains équiaxes recristallisés avec une taille moyenne de 30 μm . Sur la Figure III. 1(b), les joints de grains à faible angle (LAGB) et les joints de grains à fort angle (HAGB) sont colorés respectivement en rouge et en bleu. Les LAGBs indiquent la présence d'un écrouissage de la microstructure [97, 98]. L'histogramme des angles de désorientation (Figure III. 1(c)) montre une grande proportion de d'HAGBs avec un maximum près de 60° qui est associé à la présence de joints de macles $\Sigma 3$ ($60^\circ \langle 111 \rangle$) colorés en jaune sur la Figure III. 1(b).

Cette microstructure recristallisée est classique pour les matériaux cfc avec une faible à moyenne énergie de faute d'empilement [97].

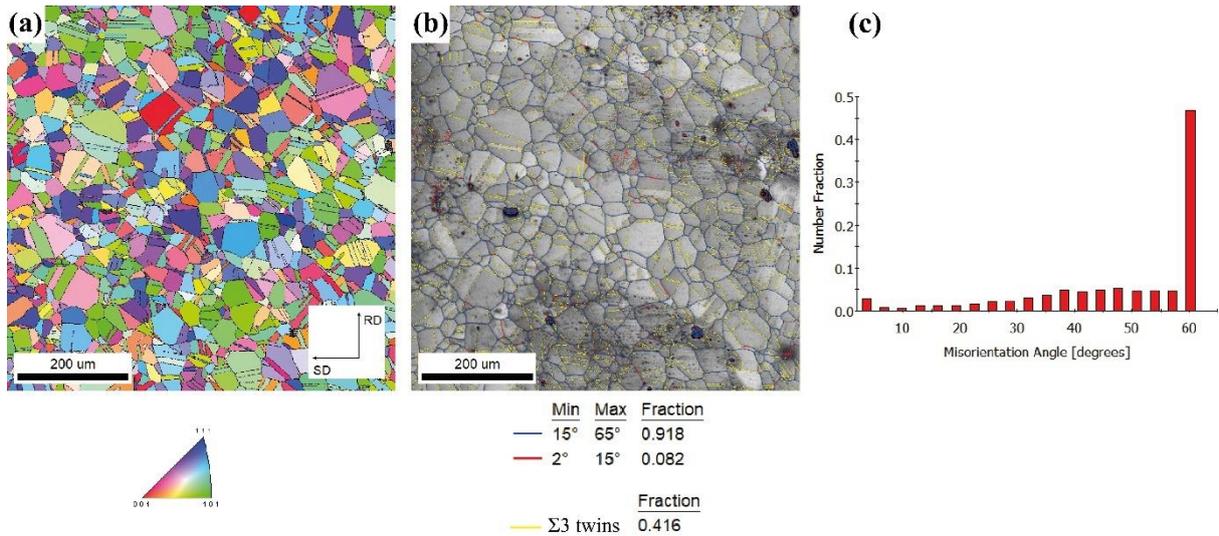


Figure III. 1 : Cartographies (a) : IPF, (b) IQ, joints des grains et joints de macle, (c) angles de désorientation du Mumetal à l'état reçue.

Après la déformation par ARB, les interfaces entre couches sont clairement visible après le premier cycle. Au contraire, les interfaces disparaissent avec l'augmentation du nombre de cycles, ce qui est une indication de la bonne qualité du soudage (Figure III. 2). Après un nombre élevé de cycles d'ARB (> 3), quelques amas de couleur noire subsistent au niveau des interfaces.

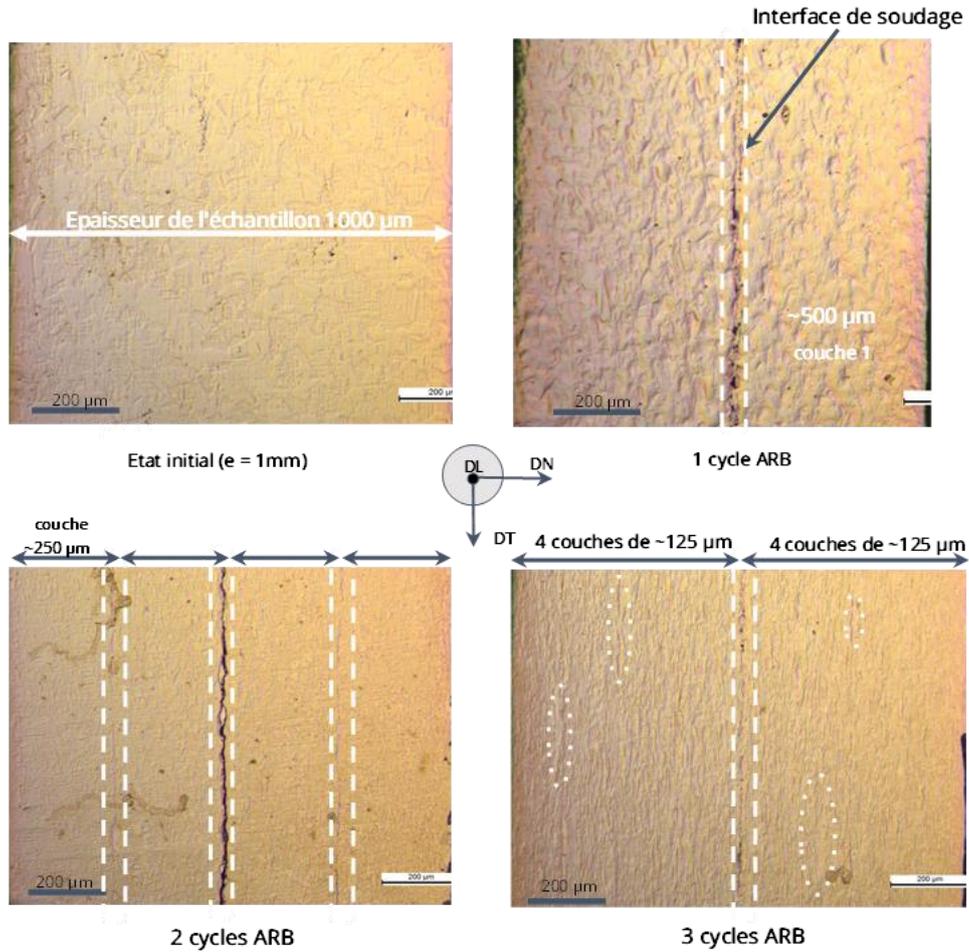


Figure III. 2 : Micrographies optiques de l'alliage Mumetal après le processus ARB.

Dans les matériaux polycristallins, les contraintes et déformations locales deviennent complexes en raison de l'anisotropie et de la géométrie variable des grains. Cela entraîne une déformation inégale au niveau microstructural et la formation de bandes de déformation durant le processus de déformation. La Figure III.3(a) illustre la présence de ces bandes de déformation dans la microstructure, indiquées par des flèches blanches. La cartographie KAM montre que ces zones de bandes de déformation présentent une forte densité de dislocation, visualisée par des couleurs vertes/jaunes dans la Figure III.3(b). La mesure des gradients de désorientation, à la fois cumulatifs (au point initial) et locaux (point à point), a été réalisée sur un échantillon de Mumetal après 1 cycle d'ARB, comme présenté sur la Figure III.3 (L1, L2 et L3).

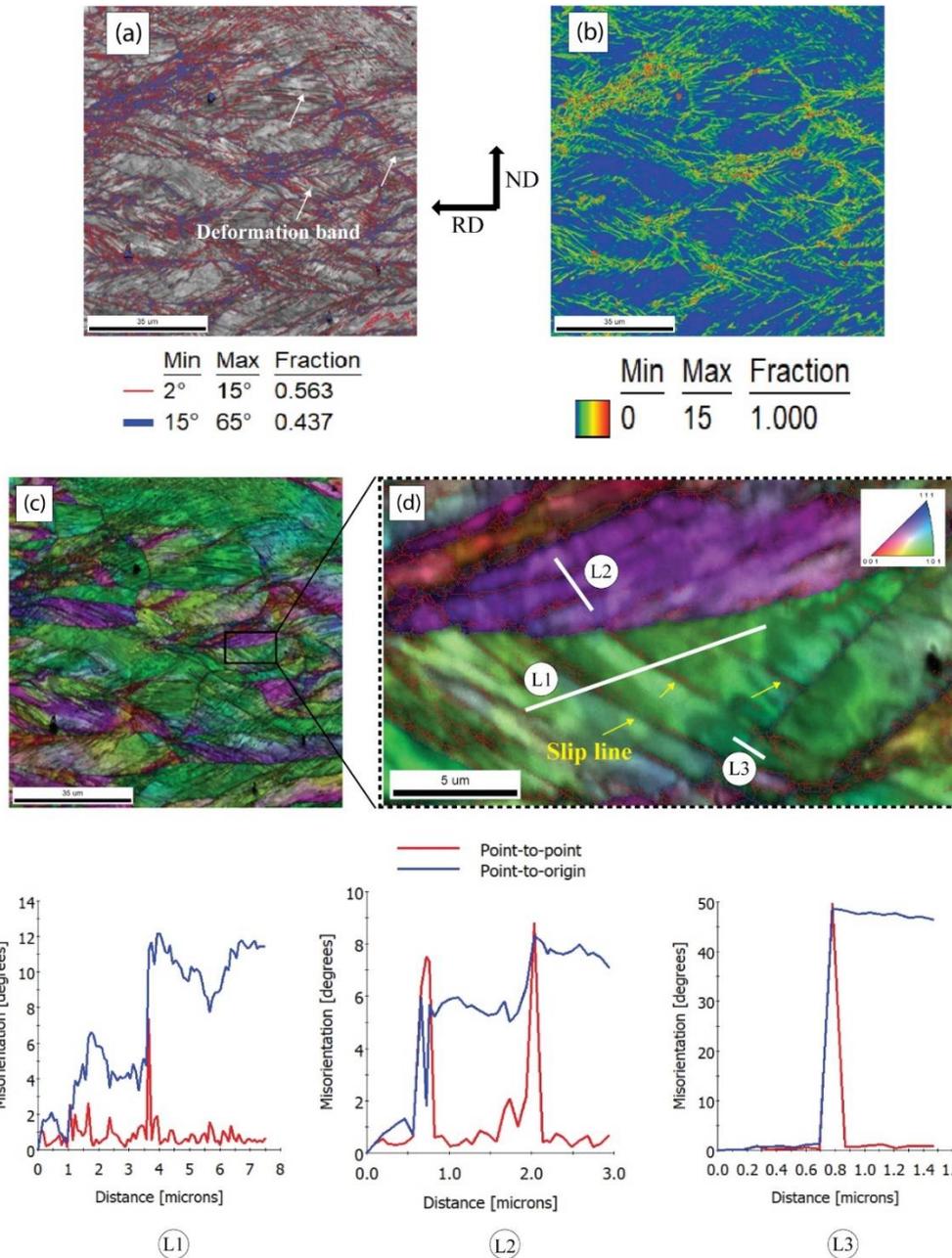


Figure III. 3 : (a) : Cartographie IQ montrant les fractions des joints de grain, (b) Cartographie KAM, (c) : Micrographie TD-IPF après 1 cycle ARB et (d) Zoom sur la zone rectangulaire de (c). L1, L2 et L3 : évolution de la désorientation locale.

L'étude de la désorientation dans une zone de la cartographie IPF (Figure III.3(c)), agrandie dans la figure III.3(d), a révélé la présence de pics distincts montrant des angles de désorientation variés entre pixels voisins. Les lignes jaunes dans la figure représentent les lignes de glissement, avec des angles de désorientation allant de 2° à 9° entre pixels adjacents, comme illustré dans les courbes L1 et L2. En revanche, la courbe L3 met en évidence une jonction de grains présentant une désorientation plus importante (50°).

La microstructure cartographies TD-IPF) après les premiers cycles d'ARB (Figure III. 4) indique l'apparition d'une bande de déformation qui est connue dans un tel processus. Après 2 cycles d'ARB, la microstructure passe d'une morphologie équiaxe (état de réception) à des grains minces allongés dans le sens du laminage.

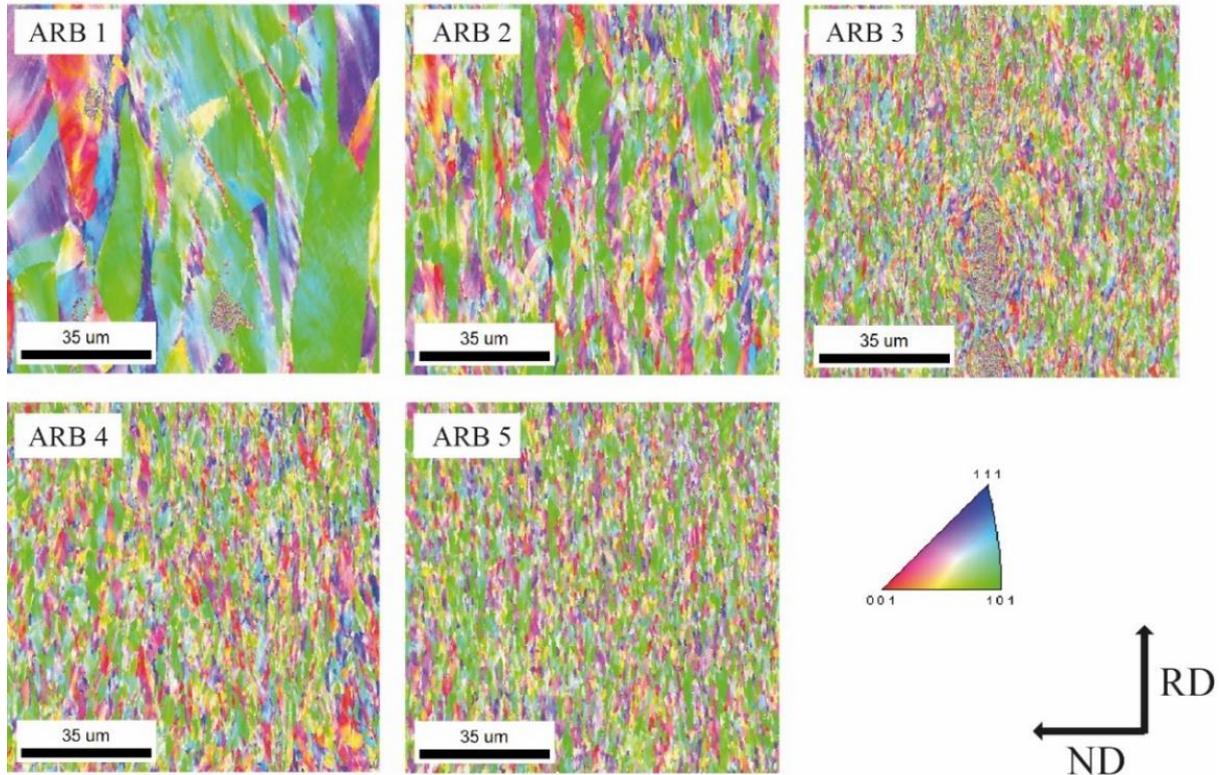


Figure III. 4 : Cartographies IPF (plan RD ND) du Mumetal après ARB.

Des expériences de diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées sur l'état initial ainsi qu'après ARB. Comme le montre la Figure III. 5, aucun nouveau pic n'est apparu, mis à part ceux indexés comme appartenant à la phase matrice (Ni), ce qui indique qu'aucune nouvelle phase n'a été formée lors du processus d'ARB. Les échantillons auraient pu subir une oxydation pendant le recuit intermédiaire, mais celle-ci a été évitée en effectuant tous les traitements thermiques sous une atmosphère d'argon.

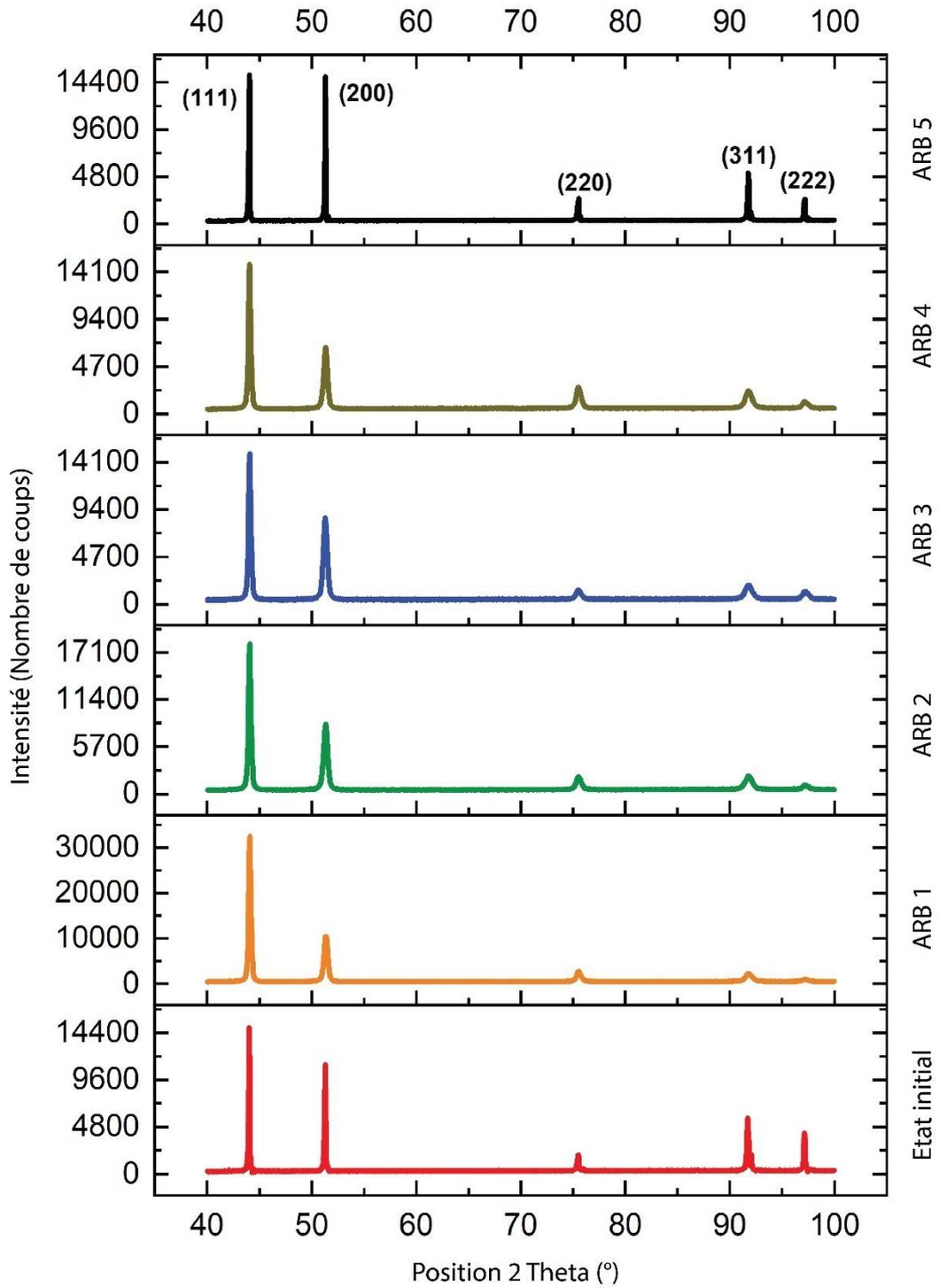


Figure III. 5 : Diffractogramme DRX du Mumetal après ARB.

Pour étudier l'évolution de la taille de grains, nous utilisons la méthode des intercepts pour obtenir les dimensions des grains selon la direction normale (l) et selon la direction de laminage (L) comme définis sur la Figure III. 6b. La Figure III. 6a présente les valeurs mesurées de l et L en fonction du nombre de passes d'ARB.

L'espacement selon la direction normale (ND) chute brusquement après le premier cycle d'ARB pour atteindre 7 μm . D'autre part, la valeur de L a également diminué, mais de manière moins abrupte, pour atteindre 24 μm après le premier cycle. Les valeurs de L et l ont continué de diminuer après le deuxième et le troisième cycle, mais semblent se stabiliser après déformation supplémentaire.

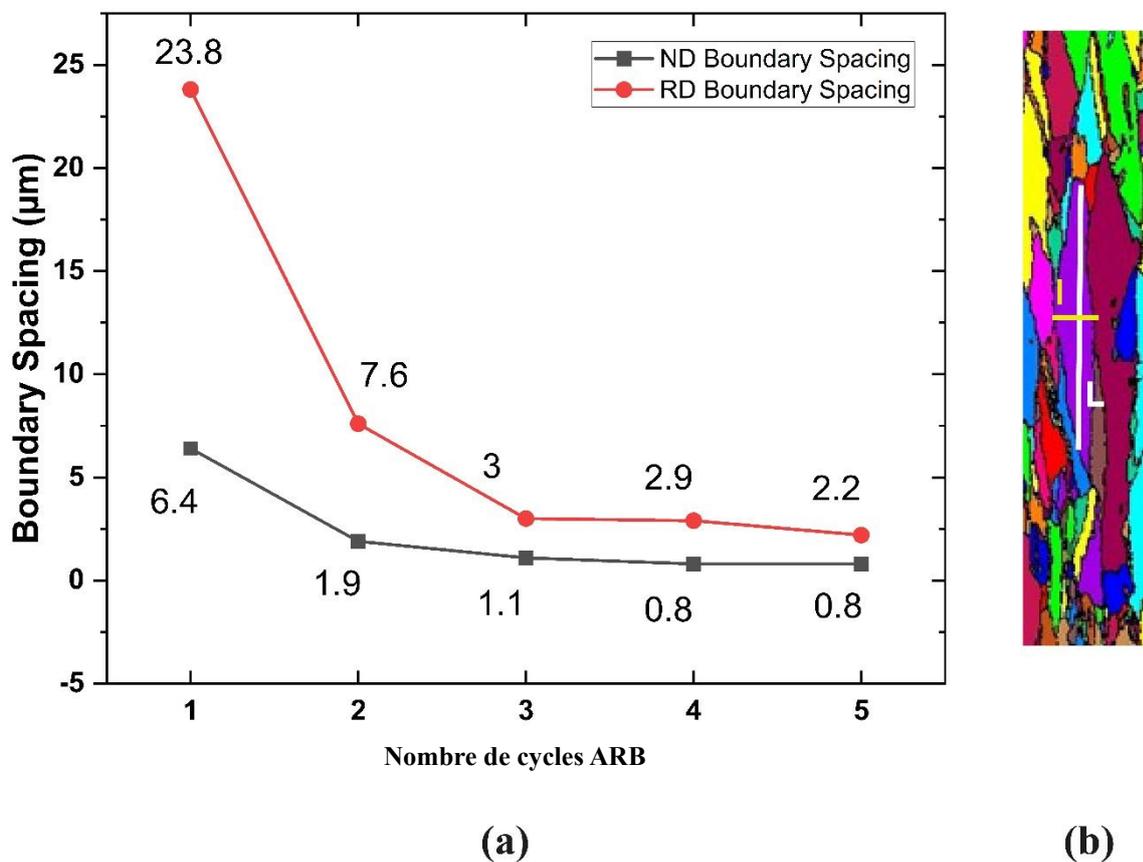


Figure III. 6 : (a) Evolution des dimensions des grains en fonction du nombre de cycles d'ARB, (b) définition de L et l.

La microstructure finale après 5 cycles d'ARB contient des grains de 1 et 2,5 μm respectivement selon les directions normale (ND) et de laminage (RD). De précédentes études sur d'autres alliages Ni-Fe ont trouvé un espacement de grain L et l très petit (0.2 et 1.3 μm) par rapport à nos résultats [99, 100] probablement en raison du recuit intermédiaire d'1 heure à 650°C réalisé dans le cadre de notre étude.

Le taux de HAGB, représenté sur la Figure III. 7, diminue fortement dès le premier cycle menant à la formation de joints de grains de faible désorientation (LAGB) dû à la subdivision des grains primaires et à la formation de sous-grains. Le taux de HAGB augmente ensuite au cours de la déformation en raison de l'accumulation des dislocations. Après 5 cycles d'ARB, la fraction de HAGBs a atteint 50 %.

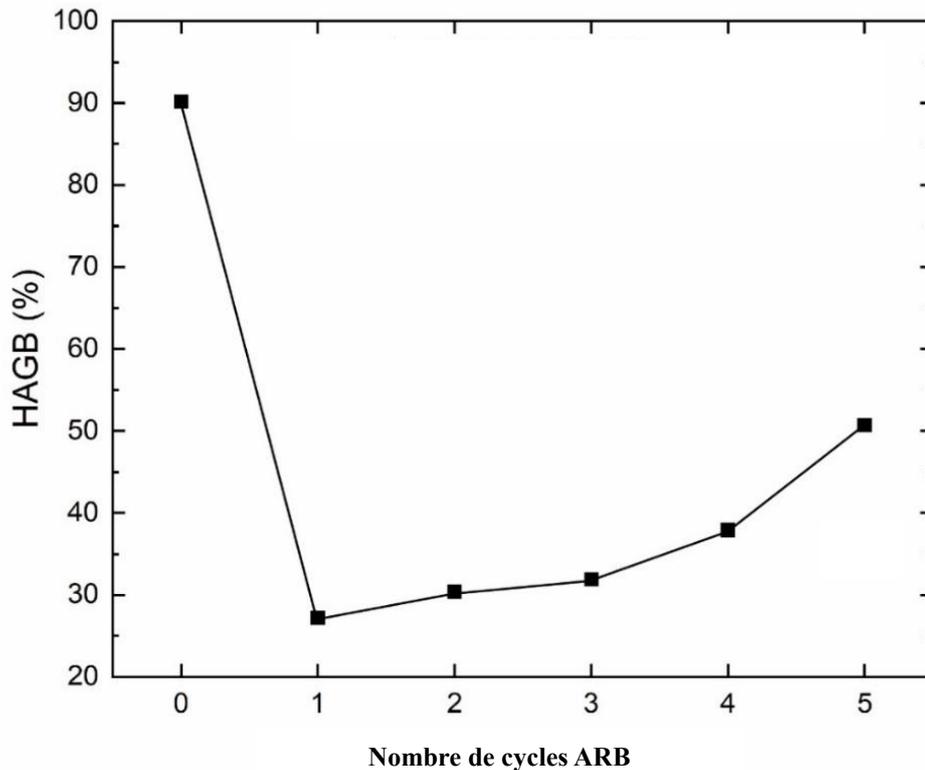


Figure III. 7 : Evolution des HAGBs en fonction du nombre de cycles d'ARB

III.A.2 Evolution de la densité de dislocations et de la dureté après ARB

L'ARB est connu pour produire des changements significatifs de la microdureté des matériaux en raison de la génération d'une microstructure affinée et de l'introduction de densités élevées de dislocations. La Figure III. 8 montre l'évolution de la microdureté Hv en fonction du nombre de cycles d'ARB. La dureté augmente brusquement après le premier cycle d'ARB (> 75 %), probablement en raison de l'augmentation de la densité de dislocations puisqu'il n'y a pas d'affinement significatif des grains à cette étape, comme on peut le voir sur la Figure III. 4.

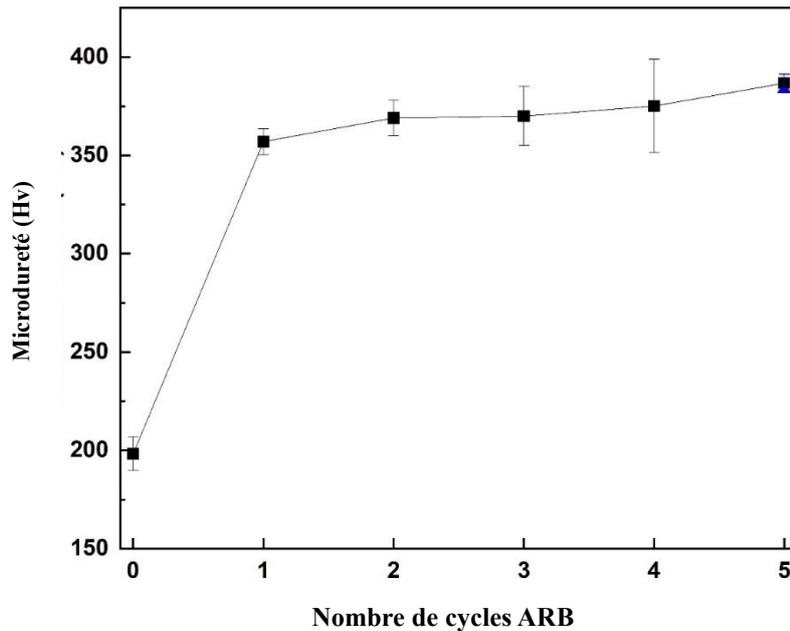


Figure III. 8 : Microdureté de Mumetal en fonction du nombre de cycles d'ARB

Une déformation supplémentaire après le premier cycle entraîne deux mécanismes ayant des effets opposés sur la microstructure et la dureté de l'alliage. Le premier est une combinaison de l'affinement des grains et de l'augmentation de la densité de dislocations supplémentaire, tandis que le second est la recristallisation dynamique ou la restauration pendant le processus de laminage. Cependant, la microdureté augmente progressivement avec l'augmentation du nombre de cycles d'ARB, soulignant ainsi la prédominance de l'effet de l'affinement des grains et de la densité de dislocations. Un autre effet pourrait provenir du recuit intermédiaire à 650°C, qui est une température élevée et qui pourrait causer une restauration/recristallisation statique s'il y a suffisamment d'énergie interne provenant de la déformation. Deux méthodes ont été utilisées pour mesurer la densité de dislocations ρ : la méthode du KAM en utilisant la technique EBSD et la méthode de Williamson-Hall en utilisant le DRX.

Pour la méthode W-H, l'évolution de ρ (Figure III. 9(a)) a une tendance similaire à celle de la dureté, ce qui est normal car cette méthode mesure tient compte de l'ensemble des dislocations (dislocations géométriquement nécessaires GND et statistiquement stockées SSD). La densité de dislocations de l'échantillon initial est de $1,3 \cdot 10^{13}$, puis, directement après un cycle d'ARB, elle augmente jusqu'à $6,7 \cdot 10^{14}$. Ensuite, sa valeur semble être relativement stable et cela a probablement la même explication que pour la dureté.

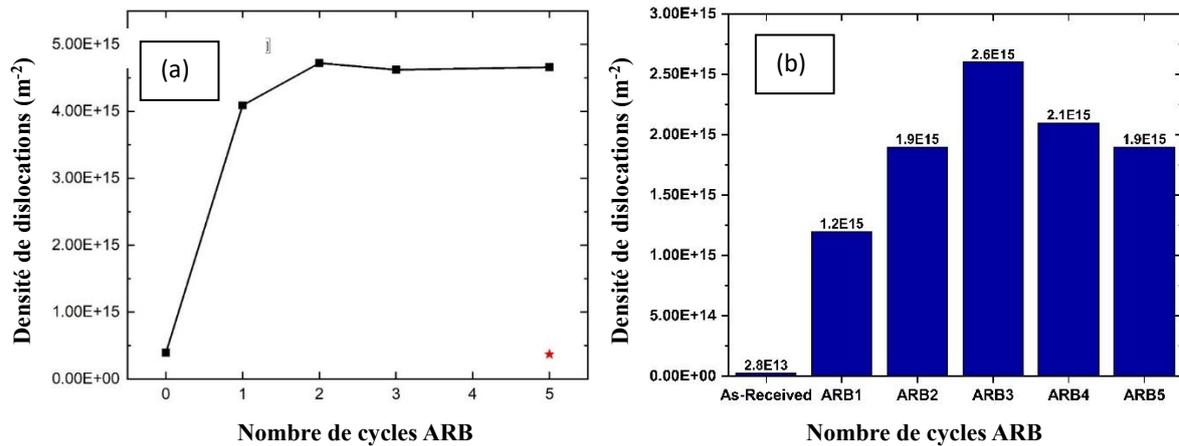


Figure III. 9 : (a) Evolution de la densité de dislocations par la méthode W-H après ARB, et (b) Evolution de la densité de dislocations par la méthode KAM

Pour la méthode KAM, l'évolution de ρ_2 (Figure III. 9(b)) est totalement différente de celle trouvée pour la première méthode. La densité de dislocations augmente progressivement jusqu'au troisième cycle où elle atteint un maximum de $1,9 \cdot 10^{15}$. Ensuite, elle semble diminuer avec l'augmentation du nombre de cycles ARB. La première partie où ρ_2 augmente est attendue, mais la seconde partie où elle diminue pourrait être expliquée par deux raisons.

La première raison peut être attribuée au traitement thermique intermédiaire. Pour la première étape de déformation (1 et 2 cycles d'ARB), l'énergie stockée dans la microstructure continue d'augmenter en raison des contraintes internes causées par la déformation plastique. A partir du troisième cycle, l'énergie devient suffisante pour déclencher un mécanisme de restauration et/ou la recristallisation lors du recuit intermédiaire qui peut diminuer la densité de dislocations. La dureté n'affiche pas la même tendance, car la réduction des dislocations est compensée par l'affinement des grains, entraînant une augmentation de la dureté, comme le confirme la relation de Hall-Petch [41]. En revanche, la méthode KAM de mesure de la densité de dislocations ne prend pas en compte les limites de grains dans l'analyse.

La deuxième raison probable est que la déformation ultérieure après le troisième cycle entraîne une recristallisation dynamique continue et/ou restauration qui conduit à la formation de nouvelles cellules de dislocations avec des joints à grands angles (qui sont vues comme des grains par EBSD), et étant donné que la méthode KAM ne prend pas en compte les joints de grains (ou les HAGBs), les valeurs de ρ diminuent avec l'augmentation du nombre de cycles d'ARB.

La principale différence entre les valeurs de densité de dislocations entre les deux méthodes s'explique par le fait que la méthode W-H mesure les deux types de dislocations (SSD et GND)

tandis que la seconde méthode à partir de l'EBSD ne mesure que les GND. Cela suggère que l'augmentation des dislocations SSD se poursuit même après 3 cycles ARB, tandis que les dislocations GND diminuent.

Afin de mieux comprendre les modifications de la microstructure lors du processus d'ARB, les cartes de l'écart d'orientation des grains (GOS) (Figure III. 10) ont été utilisées. Pour l'échantillon initial, presque tous les grains sont dans un état recristallisé donc sans dislocations à l'intérieur des grains, ce qui se traduit par la couleur bleue. Après le premier cycle d'ARB, la cartographie est dominée par la couleur rouge, indiquant qu'il ne reste pas de grains recristallisés. Notons que la couleur bleue est attribuée aux grains totalement recristallisés alors que les autres correspondent à des états plus ou moins déformés.

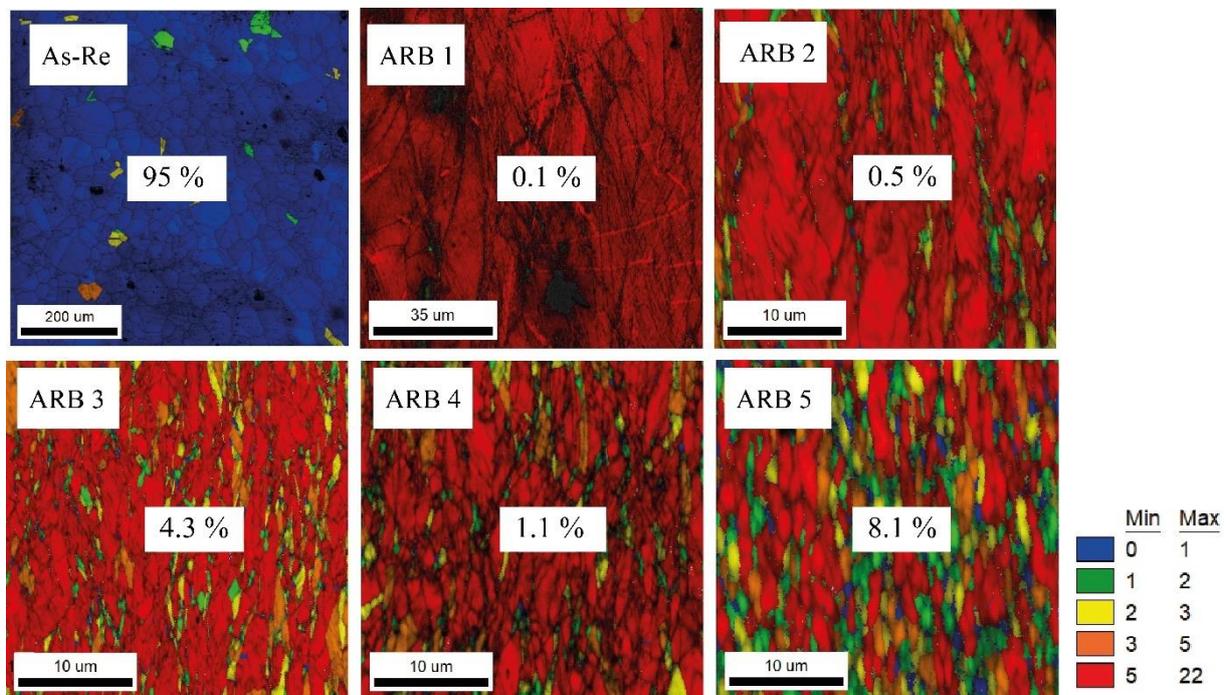


Figure III. 10 : Cartographies de GOS de l'alliage Mumetal en fonction du nombre de cycles d'ARB. (le pourcentage de grains recristallisés apparaît en bleu).

Par la suite, il y a une légère augmentation de la fraction de grains recristallisés. Cette observation concorde avec la tendance observée dans l'évolution des HAGBs (Figure III. 7) où une diminution a été constatée après le premier cycle, suivie d'une augmentation progressive avec les cycles ARB ultérieurs. Cela s'explique par le fait qu'après le premier cycle d'ARB, les dislocations à l'intérieur des grains commencent à s'accumuler pour former des cellules de dislocations/nouveaux grains avec des HAGBs et une densité de dislocations réduite à l'intérieur de ceux-ci.

III.A.3 Evolution de la texture après ARB

Les principales composantes typiques de la texture de laminage des alliages cfc sont présentées dans le Tableau III. 1.

Tableau III. 1 : Position des composantes idéales de texture de laminage des alliages cfc.

Composant	$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Angles d'Euler		
		$\Phi 1$	φ	$\Phi 2$
Laiton	$\{110\}\langle 112 \rangle$	35	35	45
Goss	$\{110\}\langle 001 \rangle$	0	45	0
Cube	$\{001\}\langle 100 \rangle$	0	0	0
Cube tournée	$\{001\}\langle 110 \rangle$	45	0	0
Cuivre	$\{112\}\langle 111 \rangle$	90	35	45
S	$\{231\}\langle 346 \rangle$	59	29	63

La Figure III. 11 montre les sections de la FDOC (ou fonction de distribution des orientations cristallines) sur des coupes en $\phi = 0^\circ, 45^\circ$ et 65° . En utilisant la méthode harmonique jusqu'à l'ordre $L = 22$, et avec une gaussienne de demi-largeur égale à 5. Cette figure montre la présence uniquement des composantes de texture de laminage cfc (Cuivre, S, Laiton) ainsi que la composante de Dillamore $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$. Leur fraction volumique en fonction du nombre de cycles d'ARB est illustrée sur la Figure III. 12.

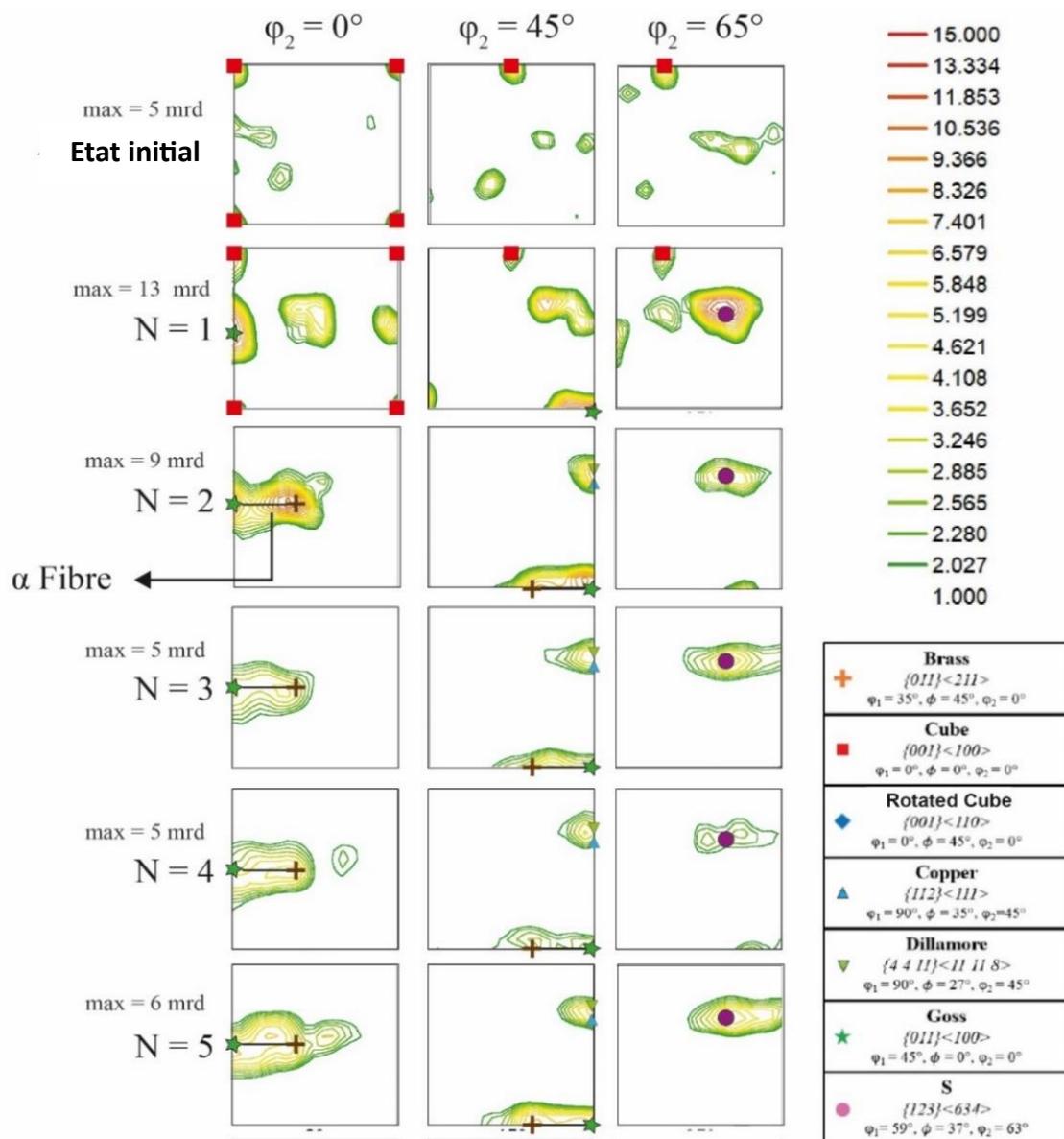


Figure III. 11 : Evolution de la texture du Mumetal en fonction du nombre de cycles d'ARB.

La figure III.12 montre que par rapport à l'état initial, l'orientation Copper $\{112\} \langle 111 \rangle$ et la composante de Dillamore $\{4\ 4\ 11\} \langle 11\ 11\ 8 \rangle$ se développent et leur fraction volumique tend à augmenter avec l'augmentation du nombre de cycles d'ARB jusqu'à 3 cycles. La composante de Dillamore a souvent été observée dans l'alliage Fe-36Ni élaboré par ARB [100] ainsi que dans le cuivre pur laminé à froid [101]. La fraction volumique de la composante Brass augmente jusqu'à 2 cycles d'ARB, puis diminue légèrement après 3 cycles pour ensuite augmenter jusqu'à 5 cycles. Le renforcement de l'orientation Brass est souvent supposé être associé à la formation de bandes de cisaillement dans la microstructure [102]. Cependant, il convient de souligner que dans l'alliage Fe-36Ni, les bandes de cisaillement se développent très faiblement même à une déformation élevée ($> 95\%$ de réduction d'épaisseur par laminage) [103]. À toutes les étapes de la déformation par ARB, la composante S reste prédominante. Dans la présente étude, une inspection exhaustive des cartographies d'indice de qualité EBSD (cartes IQ, non présentées ici) n'a pas permis de confirmer la présence de bandes de cisaillement pour un déformation plus que 1 cycle d'ARB. En effet, dans les alliages avec une énergie de fautes d'empilement élevée tels que le Fe-36Ni ($\gamma = 122\text{ mJ/m}^2$ [104]) et ceux à base d'aluminium ($\gamma \sim 166\text{ mJ/m}^2$ [105]), la formation de bandes de cisaillement massives peut être empêchée.

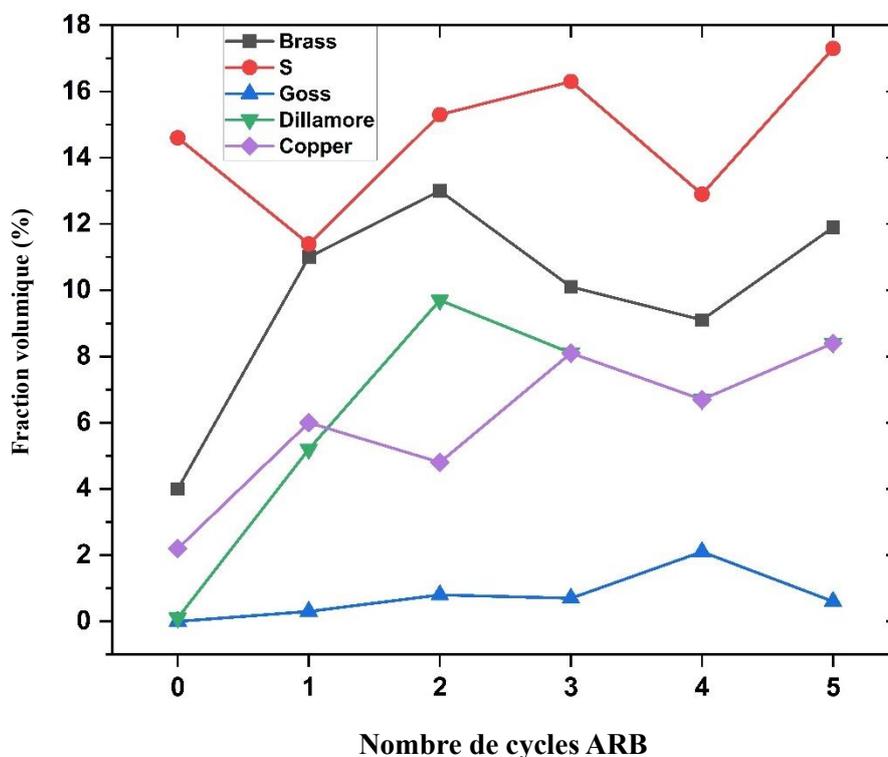


Figure III. 12 : Fractions volumiques des composantes de texture pour le Mumetal en fonction du nombre de cycles d'ARB.

III.B Torsion sous haute pression (HPT)

III.B.1 Influence de l'HPT sur la microstructure

La Figure III. 13 compile les cartographies IPF en fonction du nombre de tours d'HPT à température ambiante. Une importante dispersion d'orientation à l'intérieur des grains individuels due au développement d'une sous-structure peut être observée après un demi-tour HPT (Figure III. 13(a)). De plus, cette microstructure présente une distribution bimodale de taille de grains avec une grande fraction de grains grossiers mélangés avec plusieurs régions contenant des grains relativement fins. Cette structure de grains devient plus uniforme avec l'augmentation du nombre de tours d'HPT. En outre, les macles présentes à l'état initial ont disparu immédiatement après un demi-tour d'HPT, ce qui était le cas après le processus ARB.

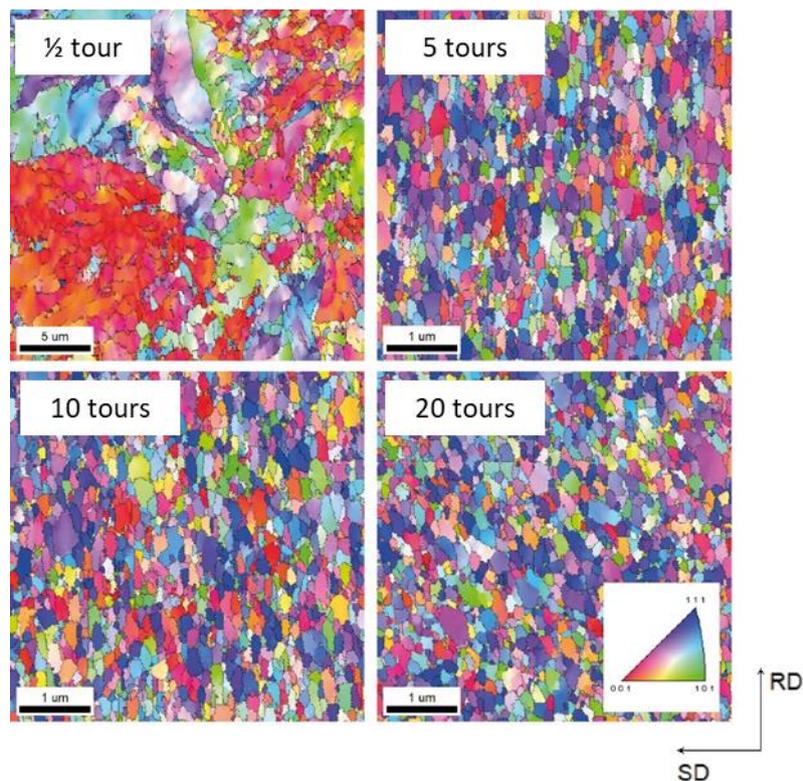


Figure III. 13 : Cartographies ND-IPF montrant la microstructure du Mumetal après.

L'évolution de la taille de grains moyenne (D) et celle de la fraction d'HAGBs en fonction du nombre de tours d'HPT sont présentées sur la Figure III. 14. Les grains subissent un fort affinage sous l'effet de la déformation. La taille de grains moyenne diminue de 30 μm pour l'état initial à 3 μm après 1/2 tour de HPT et leur taille atteint 200 nm après 5 tours d'HPT,

ensuite, sa valeur diminue très légèrement après 20 tours pour atteindre 188 nm. Ceci confirme l'intérêt de l'HPT pour l'obtention d'une distribution de taille de grains à l'échelle submicronique/nanométrique. La fraction d'HAGBs augmente rapidement après ½ tour d'HPT, passant de 30,5 % à 75 % après 5 tours d'HPT, pour atteindre une valeur maximale de 79 % après 20 tours d'HPT.

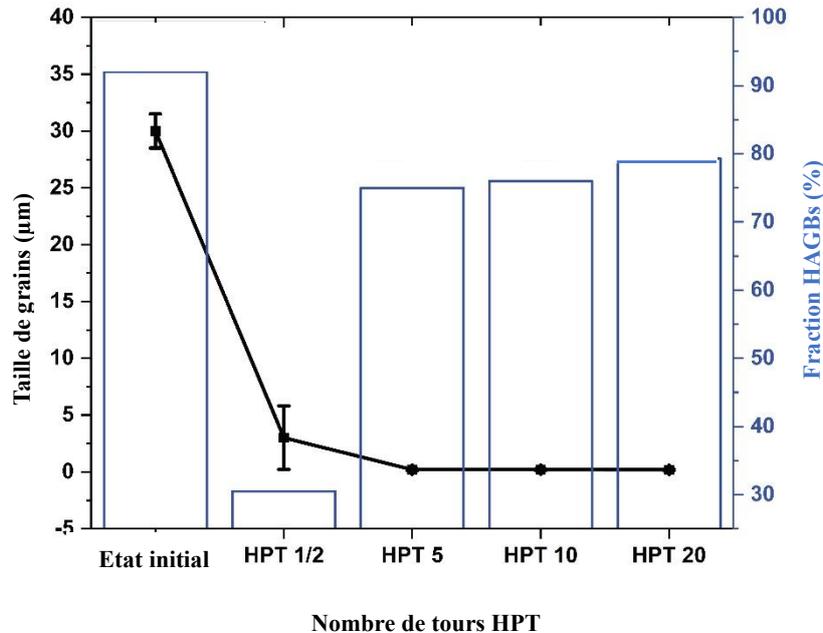


Figure III. 14 : Evolution de la taille des grains et de la fraction des HAGBs du Mumetal en fonction du nombre de tours d'HPT.

La Figure III. 15 montre les histogrammes de désorientation de l'alliage Mumetal avant et après HPT. Il est évident qu'après 1/2 tour d'HPT, la microstructure contient un nombre important de LAGBs. Cela indique la formation d'une sous-structure suite au traitement SPD. Avec l'augmentation du niveau de déformation HPT, la désorientation augmente (la fraction de LAGBs diminue jusqu'à 22% après 20 tours d'HPT). Le pourcentage élevé d'HAGBs est une indication de l'occurrence de la recristallisation dynamique continue [106]. Les microstructures qui résultent d'un tel traitement à basse température sont souvent des structures à grains submicroniques (SMG) [106].

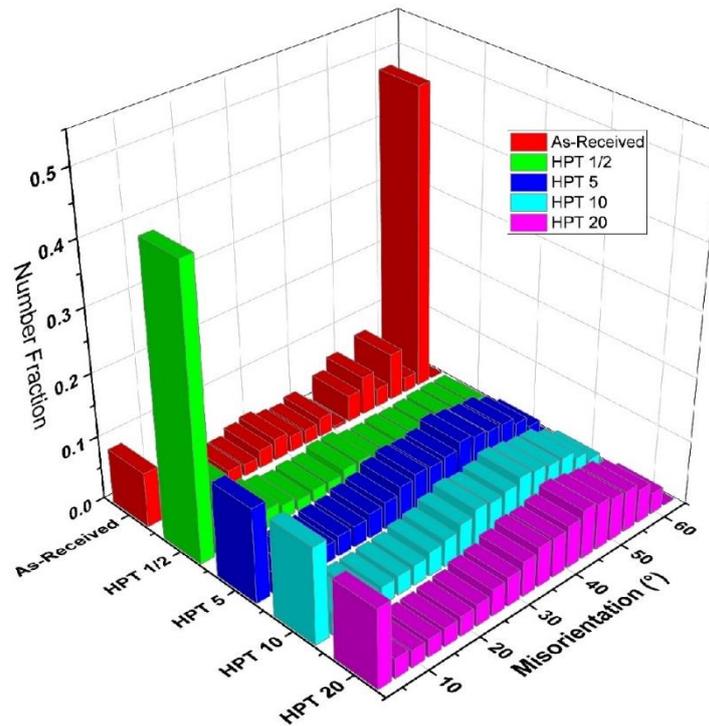


Figure III. 15 : Angles de désorientation des joints des grains du Mumetal en fonction du nombre de tours d'HPT.

Comme le montre la Figure III. 16, pour l'état initial, presque toute la cartographie KAM est dominée par la couleur bleue qui correspond aux zones faiblement/non déformées.

Après $\frac{1}{2}$ tour d'HPT, la cartographie de KAM (Figure III. 16(b)) présente davantage de zones de couleurs verte/orange indiquant une augmentation de la densité de dislocations.

Celles-ci sont présentes même à l'intérieur des grains, ce qui confirme la formation d'une sous-structure. En augmentant le niveau de déformation (Figures III. 16(c-e)), il est possible de constater que les dislocations (vert/jaune) sont plus ou moins regroupées le long des joints de grains, ce qui indique une accumulation de dislocations proche des LAGBs et ce qui permet leur transformation progressive en HAGBs.

Les cartes GOS révèlent qu'après 1/2 tour de HPT (Figure III.16(g)), la quasi-totalité de la microstructure présente un facteur GOS élevé, indiquant un état de forte déformation de l'échantillon. Avec une déformation supplémentaire (Figures III.16(h,i,j)), les dislocations sont annihilées, ce qui se traduit par des grains présentant un niveau de déformation moindre ; cela persiste jusqu'à l'apparition de grains ayant subi une restauration, certains affichant même des signes de recristallisation (représentés en bleu) après 5, 10 et 20 tours de HPT. Cette observation suggère la présence d'une recristallisation dynamique, comme précédemment déduit des cartographies KAM.

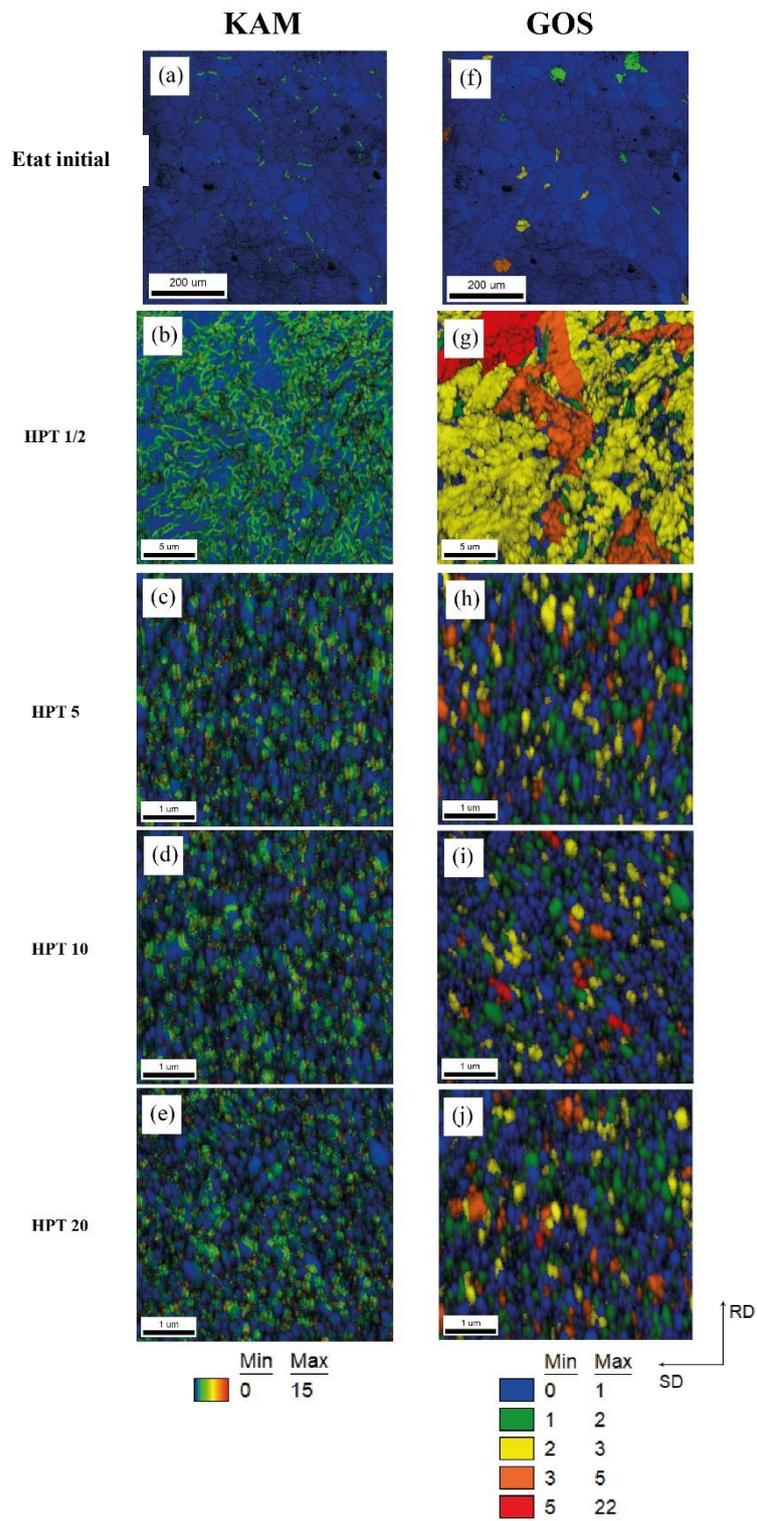


Figure III. 16 : Cartographies de KAM et de GOS du Mumetal : (a, f) à l'état de réception, (b, c, d, e, g, h, i, j) après HPT.

La Figure III. 17 permet de mieux comprendre le développement des joints dans la microstructure après HPT. Après 1/2 tour d'HPT (Figure III. 17(a)), un nombre considérable de dislocations est généré suite à l'activation de différents systèmes de glissement. Le phénomène de subdivision des grains est un mécanisme bien connu dans la déformation à froid [107]. Au cours du processus de subdivision des grains, les dislocations créent des joints intra-granulaires à faible angle de désorientation (LAGBs) et des joints géométriquement nécessaires à grand angle de désorientation (GNB) (Figure III. 17(b)) [108]. Les LAGBs peuvent être repérés à l'intérieur des grains en couleur verte sur la figure III.17(a). Avec la poursuite de la déformation par HPT, les grains initiaux subissent une subdivision par l'accumulation de GNBs, ce qui conduit à la formation de structures subdivisées nanométriques caractérisées par des joints de grains à grand angle (HAGBs) (Figure III. 17(e,f)). Il est important de noter que ces nouveaux grains contiennent encore une quantité substantielle de dislocations dans leur structure (Figure III. 17(c,d)). Cette observation explique les valeurs plus élevées de la densité de dislocations observées dans les états plus fortement déformés (5 tours ou plus) par rapport à la densité de dislocations après 1/2 tour.

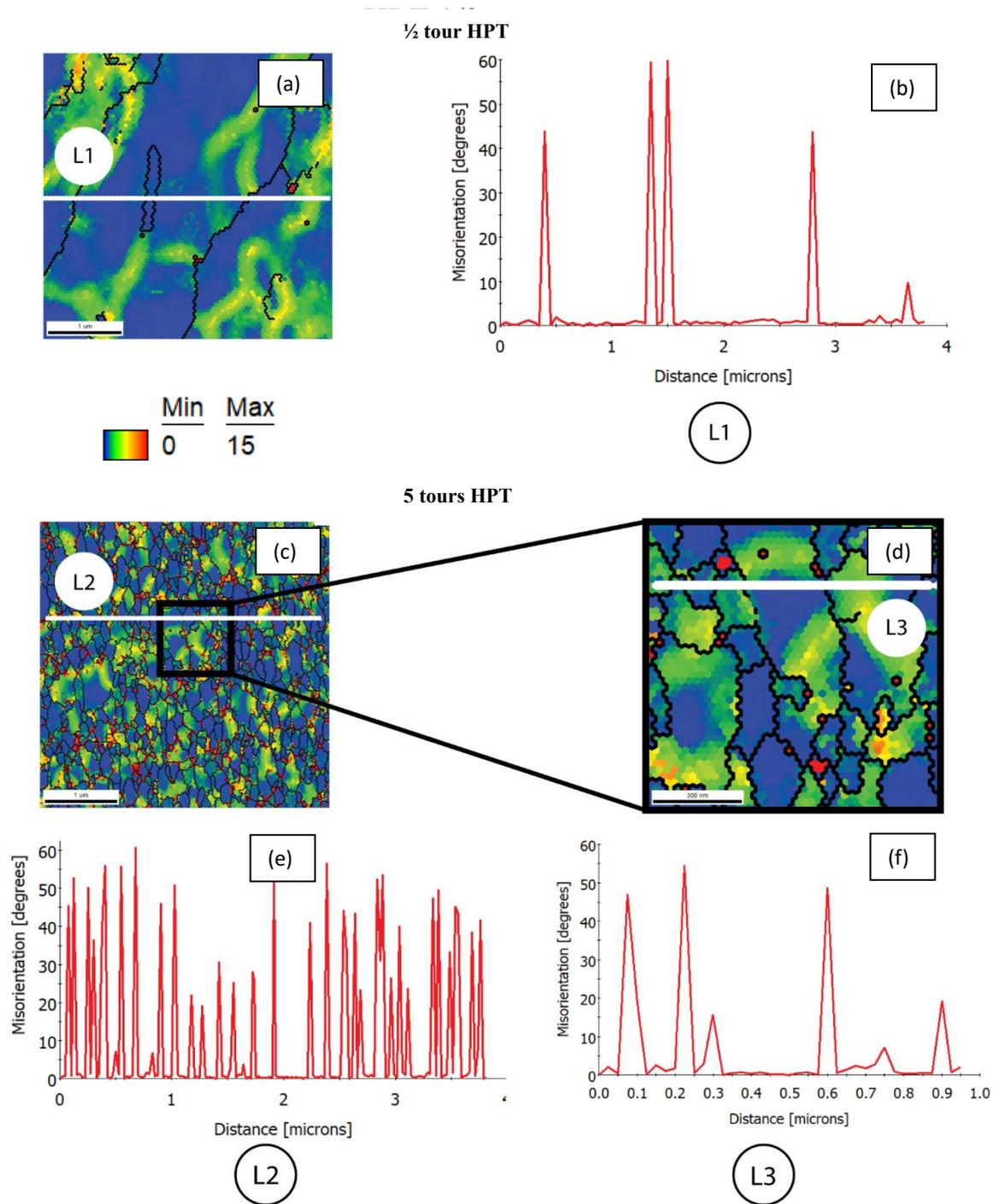


Figure III. 17 : (a) Micrographie KAM après $\frac{1}{2}$ tour de HPT, (b) mesure des gradients de désorientation point à point de la ligne L1, (c) micrographie KAM après 5 tours de HPT et (d) zoom sur le carré dans (c), (e) mesure des gradients de désorientation point à point de la ligne L2 et (f) de la ligne L3.

III.B.2 Evolution de la microdureté et de la densité de dislocations après HPT

Le profil d'évolution de la microdureté est présenté sur la Figure III. 18 en fonction du nombre de tours. Après 1/2 tour d'HPT, la microdureté est plus faible au centre et plus élevée sur les bords du disque. La différence de microdureté entre le bord et le centre est d'environ 150 Hv (~55 %). La déformation équivalente de von Mises imposée au disque ε_{eq} est donnée par [109–111]:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad \text{Equation III. 1}$$

Il ressort clairement de l'équation III. 1 que la déformation équivalente imposée est directement proportionnelle à la distance radiale par rapport au centre du disque. Par conséquent, la contrainte totale imposée est plus élevée en périphérie, mais diminue jusqu'à zéro au centre du disque, où $r = 0$, suggérant ainsi un degré élevé d'inhomogénéité dans les microstructures produites par HPT [112].

Cependant, cette différence tend à diminuer après un plus grand nombre de tours ce qui conduit à une homogénéité raisonnable de la dureté sur tout le diamètre du disque avec une valeur d'environ 470 Hv après 5 tours. Notons que la dureté globale à travers le disque augmente avec le nombre de tours d'HPT mais qu'elle tend à saturer à partir de 5 tours [112].

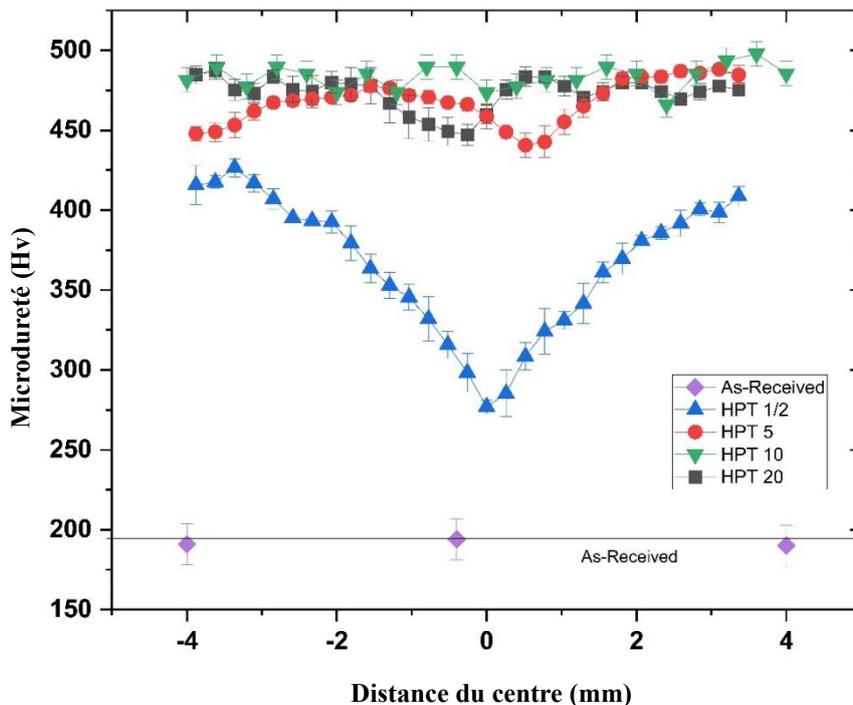


Figure III. 18 : Profils de microdureté le long du diamètre des échantillons de Mumetal après HPT.

L'évolution de la microdureté mesurée au centre des disques est présentée sur la Figure III. 19 (a). La microdureté augmente considérablement par rapport à l'état initial (~198 Hv à ~390 Hv après 0,5 tour). L'effet de durcissement présente une augmentation continue jusqu'au 5 tours d'HPT, après cela, la dureté a tendance à atteindre un plateau, indiquant un état de stabilisation sous une déformation ultérieure. Une évolution de la microdureté similaire a été rapportée dans l'alliage Fe-50%Ni traité par HPT à température ambiante jusqu'à 10 tours [113] et dans un alliage InvarTM (Fe-36%Ni) [114]. Le durcissement est souvent attribué à l'augmentation de la densité de dislocations et à l'affinement des grains [99, 100, 115].

La densité de dislocations (ρ) évaluée à l'aide de la méthode KAM est présentée sur la Figure III. 19(b). ρ a considérablement augmenté après ½ tour HPT pour atteindre $3,62 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ par rapport à $2,82 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ pour l'échantillon à l'état initial. Cette différence importante est principalement causée par la formation et l'accumulation de dislocations, comme le montre la Figure III. 19(b). De plus, la densité de dislocations semble se stabiliser autour de $7,3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ après 10 tours d'HPT. Cela peut principalement être attribué à l'effet de la génération stationnaire de dislocations et de leur annihilation. Cette stabilisation de la densité de dislocations est accompagnée de manière synergique par une stabilisation de la taille de grains, comme le montre la Figure III. 14.

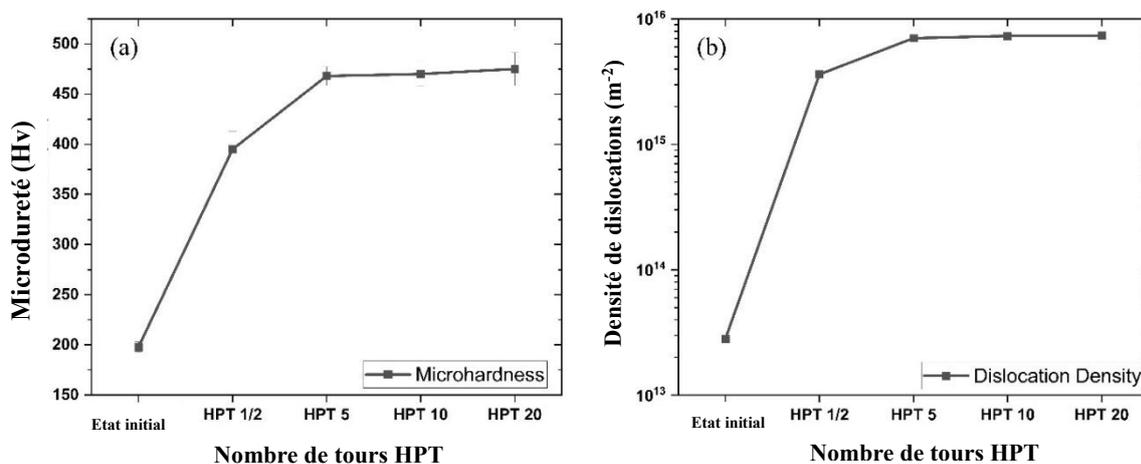


Figure III. 19 : Evolution a) de la microdureté au centre des disques et b) de la densité de dislocations (ρ) estimée à partir du KAM en fonction du nombre de tours d'HPT

III.B.3 Évolution de la texture après HPT

Rappelons que la texture initiale est caractérisée par l'existence de la composante Cube due aux conditions de traitements thermomécaniques antérieurs. La Figure III. 20 montre l'évolution de la texture (sections ODF) du MumetalTM après HPT en fonction du nombre de tours.

Les orientations idéales pour les matériaux cfc après torsion sous haute pression et leurs positions idéales caractéristiques sont résumées dans le Tableau III. 1.

Tableau III. 2 : Orientations idéales de la texture des alliages cfc après HPT [35]

Component	Euler Angle		
	φ_1	ϕ	φ_2
$A_1^* \nabla$	125.26/305.26°	90°	45°
$A_2^* \triangle$	54.7/234.7°	90°	45°
$A \circ$	0°	35.26°	45°
$\bar{A} \bullet$	180°	35.26°	45°
$B \diamond$	0/120/240°	54.74°	45°
$\bar{B} \blacklozenge$	60/180/300°	54.74°	45°
$C \square$	0/180°	90°	45°

Après 1/2 tour d'HPT, toutes les composantes de cisaillement A, \bar{A} , A_1^* , A_2^* , \bar{B} et C sont formées. La présence de toutes ces composantes de texture permet la formation de deux fibres : une fibre α contenant les composantes A, \bar{A} , A_1^* , A_2^* et une fibre β avec les composantes A, \bar{A} , B, \bar{B} et C. Après 5 tours d'HPT, la texture se stabilise généralement autour des principales composantes bien que des fluctuations de leurs positions soient évidentes. Il est également noté que l'intensité de la composante C diminue.

Après 10 et 20 tours, il y a des preuves de l'affaiblissement de la texture, de la saturation autour de la composante unique A_2^* et de la disparition de la composante A_1^* . Les composantes A, \bar{A} , B et \bar{B} sont également présentes mais avec des valeurs d'intensité plus faibles. Pour la composante C, son intensité a également diminué après 5 tours d'HPT. Il convient de noter que l'existence de la composante renforcée A_2^* dans le disque après 5 tours peut être expliquée par l'excès de joints de grains à faible angle produits dans l'échantillon en raison de l'introduction continue de dislocations lors du traitement par SPD [116].

En revanche, les matériaux avec une énergie moyenne de fautes d'empilement (γ_{SFE}), tels que le cuivre pur ($\sim 78 \text{ mJ/m}^2$), présentent une texture caractérisée par une fibre B forte avec une prédominance de la composante \bar{B} et une composante C réduite [127]. Les matériaux avec une faible γ_{SFE} , tels que l'alliage à forte entropie CrMnFeCoNi ($\gamma_{SFE} \sim 22\text{-}35 \text{ mJ/m}^2$) [121, 128], affichent une texture comprenant les composantes A_1^* , A_2^* ainsi que des composantes B, \bar{B} distinctes. De manière intéressante, l'évolution de la texture dans les matériaux avec différentes valeurs de γ_{SFE} semble suivre des tendances similaires lors des déformations par torsion conventionnelle et par HPT [129].

Aucune étude n'a été réalisée pour mesurer l'énergie de fautes d'empilement de l'alliage Mumetal. Cependant, Schramm et al. [104] ont estimé γ_{SFE} à l'aide de la diffraction des rayons X pour des alliages Fe-Ni avec différentes fractions de Ni. Leurs résultats ont révélé qu'avec une fraction de Ni d'environ 80 %, $\gamma_{SFE} \sim 185 \text{ mJ/m}^2$. Sur la base de cette estimation, il est probable que l'alliage Mumetal soit classé parmi les alliages à haute γ_{SFE} . L'observation d'une intensité nettement supérieure dans la fibre B par rapport à la fibre A, comme le montrent clairement la Figure III. 21, constitue une preuve solide qui confirme les résultats et les conclusions précédemment mentionnés concernant les alliages à haute énergie de défauts d'empilement.

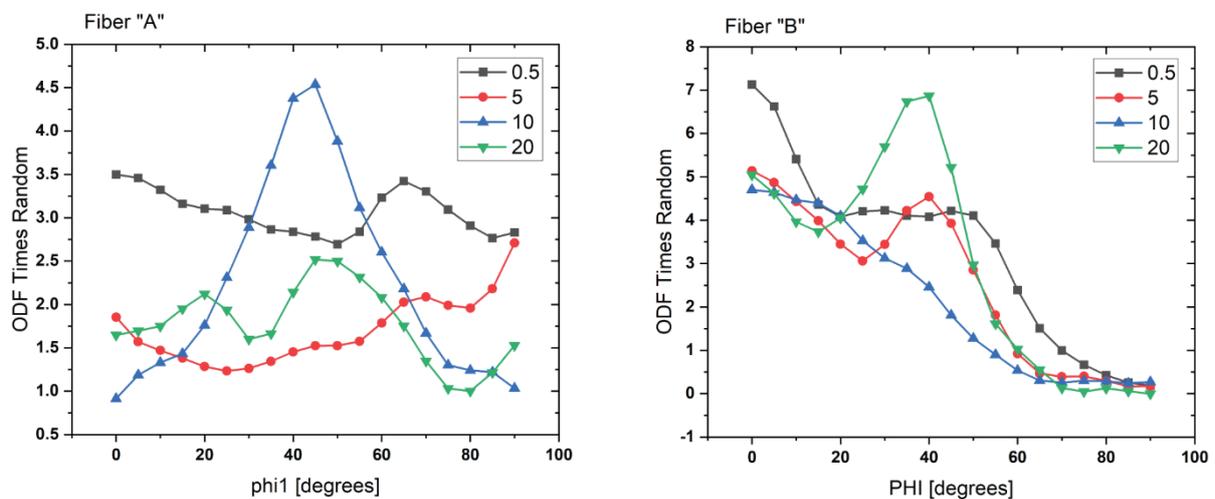


Figure III. 21 : Intensité des fibres 'A' et 'B' du Mumetal en fonction du nombre de tours d'HPT.

Il est à noter que la compilation présentée par Azzedine et al. [35] indique que les alliages avec une γ_{SFE} élevée montrent un comportement d'adoucissement sous des conditions de contraintes élevées en raison de l'annihilation rapide des dislocations, de leur réarrangement en sous-grains avec des joints de grains à faible angles (LAGB) et de leur transformation ultérieure en joints de grains à grands angles (HAGB) pour former des grains ultrafins [112, 130].

Ce processus d'affinement des grains est appelé recristallisation dynamique continue (CDRX) et se caractérise par une microstructure homogène [106]. La CDRX constitue le principal mécanisme d'affinement des grains dans les matériaux à γ_{SFE} faible à élevée, soumis à des déformations supérieures à 3, comme dans le cas d'une déformation plastique sévère à froid ($T < 0,5 T_m$, où T_m est la température de fusion) [131]. Ces observations peuvent être confirmées à la fois par la Figure III.16 et la Figure III.17.

III.C Pressage ondulé contraint (CGP)

III.C.1 Influence du CGP sur la microstructure

La Figure III. 22 montre les cartographies IPF du matériau à l'état de réception, ainsi que celles après 1 et 2 cycles de CGP. Les cartographies TD-IPF montrent que la microstructure est restée pratiquement inchangée en termes de morphologie et de taille moyenne de grains après un cycle. Cependant, de légères modifications sont observées après le deuxième cycle.

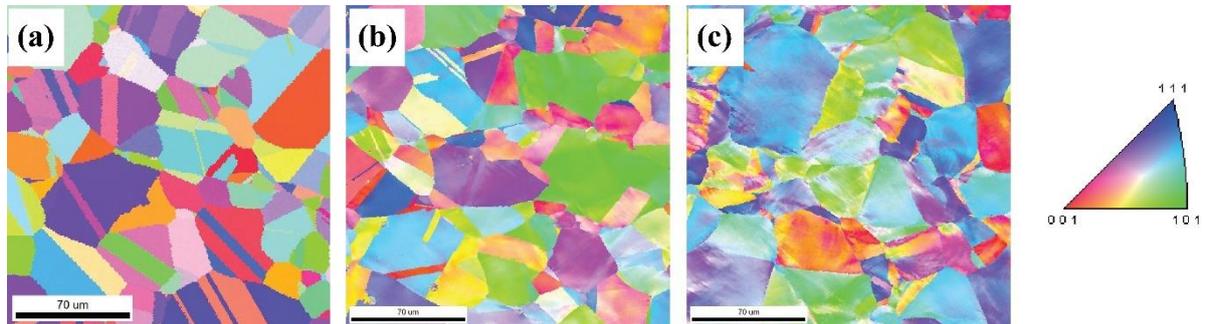


Figure III. 22 : Cartographies IPF du Mumetal : (a) à l'état initial, (b) après 1 cycle et (c) après 2 cycles de CGP.

Le processus de CGP appliqué à l'alliage Mumetal n'a pas permis d'affiner significativement sa microstructure (Figure III. 23(a)). Cela peut être dû au fait que le taux de déformation appliqué est insuffisant pour déclencher les mécanismes de subdivision des grains. Comme observé dans le chapitre II, une explication possible à cela pourrait être liée à la géométrie des matrices utilisées.

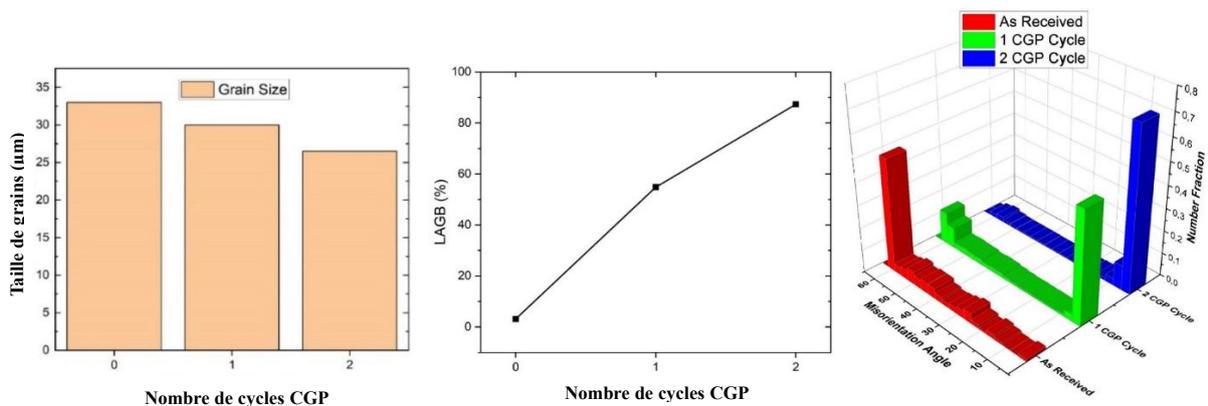


Figure III. 23 : Evolution de : (a) la taille de grains moyenne, (b) de LAGBs et de (c) désorientation des grains en fonction du nombre de cycles de CGP.

Cette augmentation des LAGBs (Figure III.23(b)) est bien sûr confirmée en examinant la distribution des désorientations en fonction du nombre de cycle, comme indiqué sur la Figure III.23(c).

III.C.2 Influence du CGP sur la microdureté et la densité de dislocations

La Figure III. 24 présente l'évolution de la microdureté (Hv) de l'alliage Mumetal après le processus de CGP. Après le premier cycle, il y a une augmentation significative de Hv (+60 %), et cette augmentation se poursuit de manière progressive jusqu'à atteindre 330 Hv après le deuxième cycle. La raison principale de cette augmentation est probablement l'introduction de dislocations pendant la déformation plastique. Ces dislocations interagissent les unes avec les autres et entravent leur mouvement, ce qui augmente la résistance du matériau à la déformation et donc sa dureté.

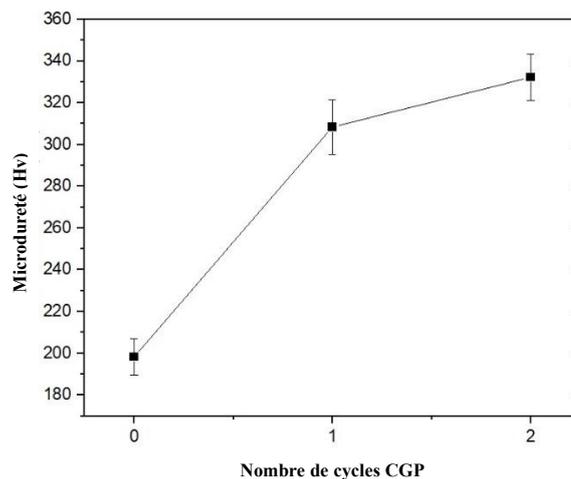


Figure III. 24 : Evolution de la microdureté du Mumetal en fonction du nombre de cycles de CGP.

Afin de mieux comprendre le mécanisme responsable de l'altération de la macrostructure suite à la déformation par CGP, des cartographies de KAM et de GOS ont été extraites des données EBSD à l'aide du logiciel OIM (Figure III. 25). La cartographie de KAM révèle qu'avant le CGP, la microstructure est recristallisée, ce qui est bien sûr attendu. Cela est confirmé par la cartographie de GOS, indiquant que tous les grains sont entièrement recristallisés (en bleu). Après le premier cycle de CGP, les cartographies de KAM montrent de nombreuses régions de couleur verte, indiquant une densité élevée de dislocations résultant de la forte contrainte appliquée sur l'échantillon. Après le deuxième cycle, la majorité de la cartographie présente une couleur verte, avec des régions plus déformées observées du côté gauche (orange/verte).

Ce gradient de couleurs après deux cycles est attribué à une déformation non uniforme à travers l'épaisseur de l'échantillon. Peng et al. [132] ont indiqué que la surface a une dureté plus élevée que l'intérieur, ce qui signifie que la déformation n'est pas uniformément répartie dans le matériau.

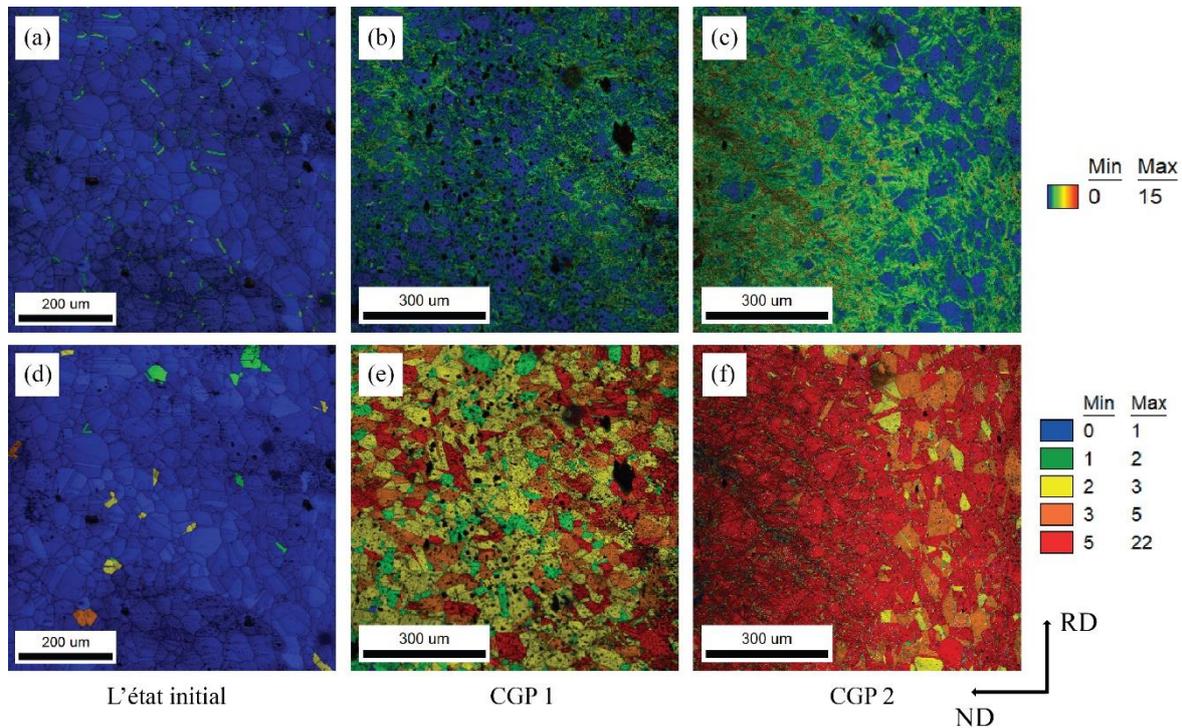


Figure III. 25 : (a, b, c) : Cartographies de KAM et (d, e, f) : cartographies de GOS du Mumetal avant et après CGP en fonction du nombre de cycles.

La Figure III. 26 présente les résultats des calculs de densité de dislocations (ρ) obtenus à l'aide de la méthode du KAM. L'évolution de la densité de dislocations diffère quelque peu de celle de la dureté, bien que les deux facteurs continuent d'augmenter à mesure que le processus de déformation progresse. La dureté a connu une forte augmentation après le premier cycle, suivie d'une augmentation plus lente après le deuxième cycle. En revanche, la densité de dislocations a affiché une tendance à la hausse linéaire. Il est à noter que la dureté sert de méthode de caractérisation complète, englobant tous les types de défauts influençant la dureté d'un matériau, tels que les dislocations et les joints de grains. D'un autre côté, l'approche KAM est principalement associée aux dislocations GND. Dans notre étude, nous avons observé des changements minimes dans la taille moyenne des grains. Cela suggère que les dislocations GND augmentent de manière linéaire avec le processus de déformation, tandis que les dislocations

SSD augmentent fortement après le premier cycle, puis se stabilisent au cours de la déformation ultérieure.

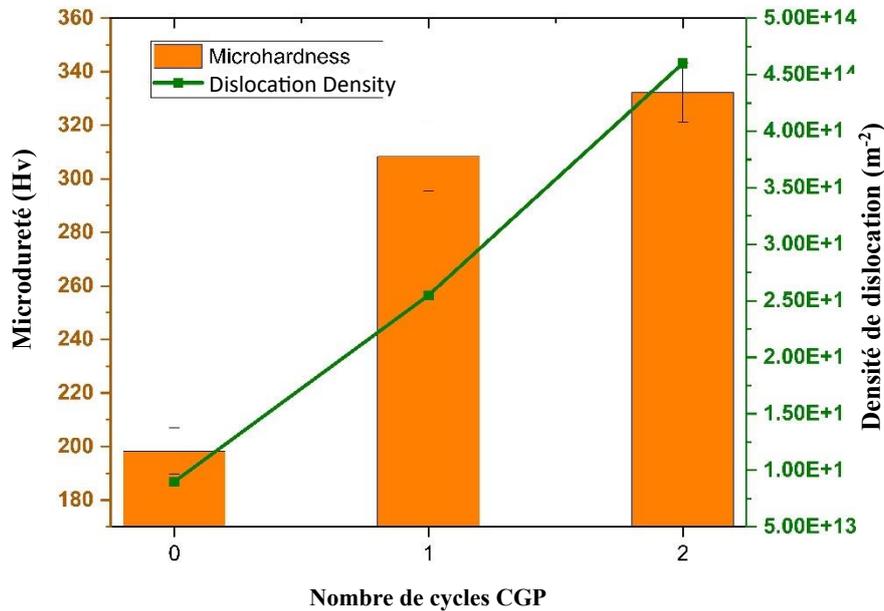


Figure III. 26 : Evolution de la densité de dislocations obtenue par la méthode du KAM et de la microdureté du Mumetal en fonction du nombre de cycles de CGP.

III.D Recristallisation de l'alliage Mumetal après SPD et recuit

La dernière section était dédiée à explorer comment différentes méthodes de SPD (ARB, CGP et HPT) influent sur la microstructure, la texture et la dureté mécanique. La section suivante se penche sur les conséquences du traitement thermique après déformation. L'objectif était d'examiner les conditions favorisant la restauration et la recristallisation tout en identifiant la température optimale minimisant la densité de dislocations sans déclencher le phénomène de grossissement des grains.

III.D.1 Après ARB

Après le processus d'ARB, les observations microstructurales montrent que les grains sont fins et allongés dans la direction de laminage (Figure III. 4). Pour étudier les phénomènes de restauration et de recristallisation, différentes conditions de traitement thermique en temps et températures ont été appliquées. La Figure III. 27 présente les cartographies ND-RD IPF du Mumetal après 5 cycles d'ARB et un traitement thermique ultérieur.

Cette figure montre que les traitements thermiques à 600°C et 660°C sans temps de maintien (ARB5-600-0, ARB5-660-0), sont insuffisants pour déclencher le processus de recristallisation. Même après recuit d'une heure à 550°C (ARB5-550-1), aucune recristallisation ne s'est produite et la morphologie des grains est restée lamellaire (Figure III. 27 (ARB5-550-1)). Cela suggère que l'énergie stockée n'a pas atteint le niveau d'activation requis pour recristalliser la microstructure.

Au contraire, après un recuit à 650°C pendant une heure (Figure III. 27 (ARB5-650-1)), la morphologie lamellaire s'est transformée en une morphologie équiaxe, avec une taille de grains moyenne de 4,5 μm . Une microstructure similaire a été obtenue après les recuits à 710°C et 740°C sans temps de maintien (Figure III. 27 (ARB5-710-0, ARB5-750-0)), à l'exception d'une légère différence dans la taille moyenne de grains, qui est (3.9 et 4.7 μm , respectivement). Dans ces trois derniers échantillons, les microstructures semblent être entièrement recristallisées sans aucune trace de zones déformées dans les micrographies.

Lors du recuit à 850°C pendant une heure (Figure III. 27 (ARB5-850-1)), étant donné que la microstructure était déjà entièrement recristallisée après le recuit à 650°C, le mécanisme dominant est une croissance des grains, conduisant à des grains avec une taille moyenne d'environ 18 μm .

La Figure III. 28 montre les cartographies d'IQ du Mumetal recuit après 5 cycles d'ARB. Les LAGBs et les HAGBs sont indiqués sur les micrographies en bleu et en rouge, respectivement.

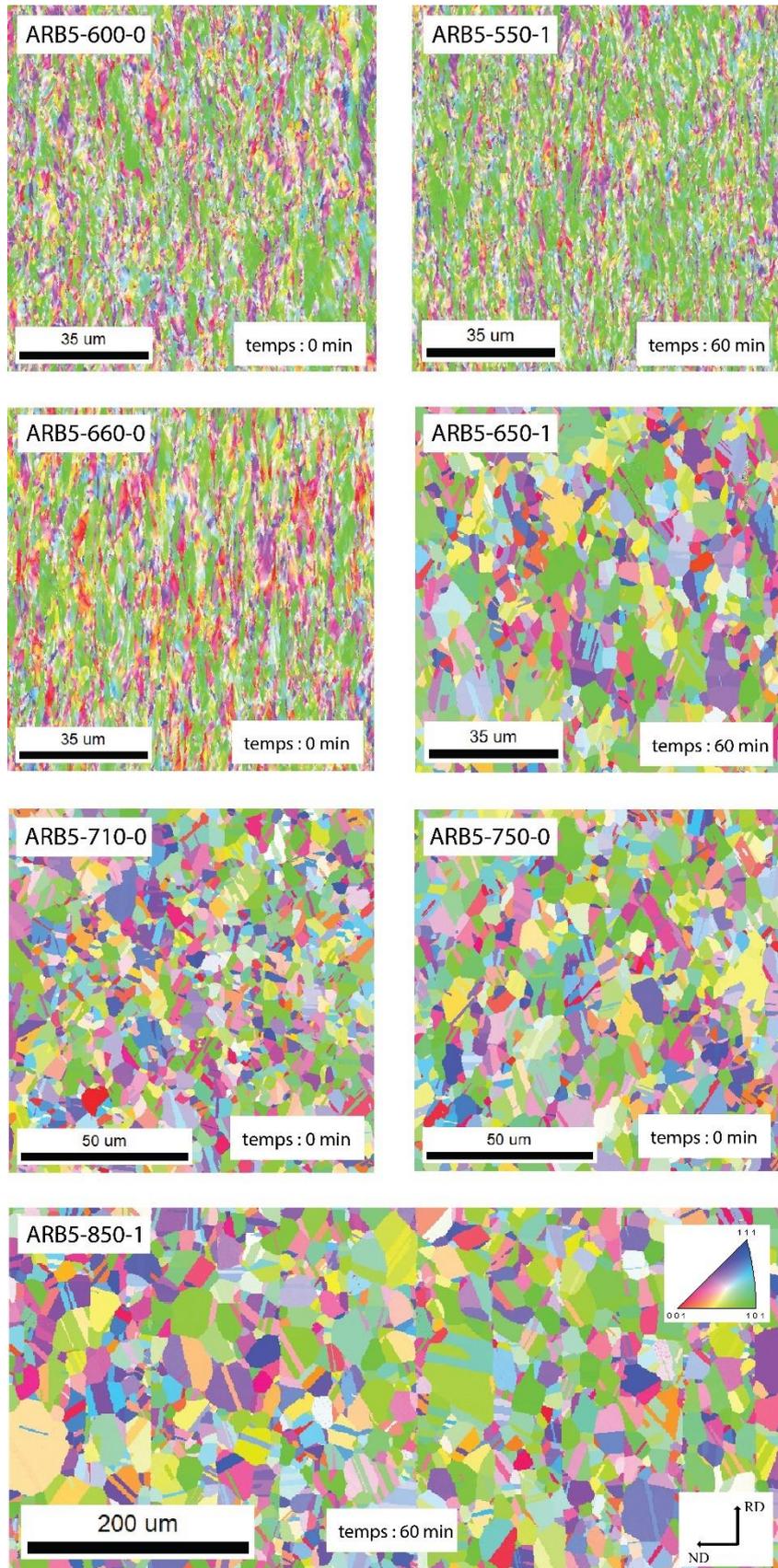


Figure III. 27 : Micrographies TD-IPF du Mumetal recuit après 5 cycles d'ARB.
Traitements thermiques.

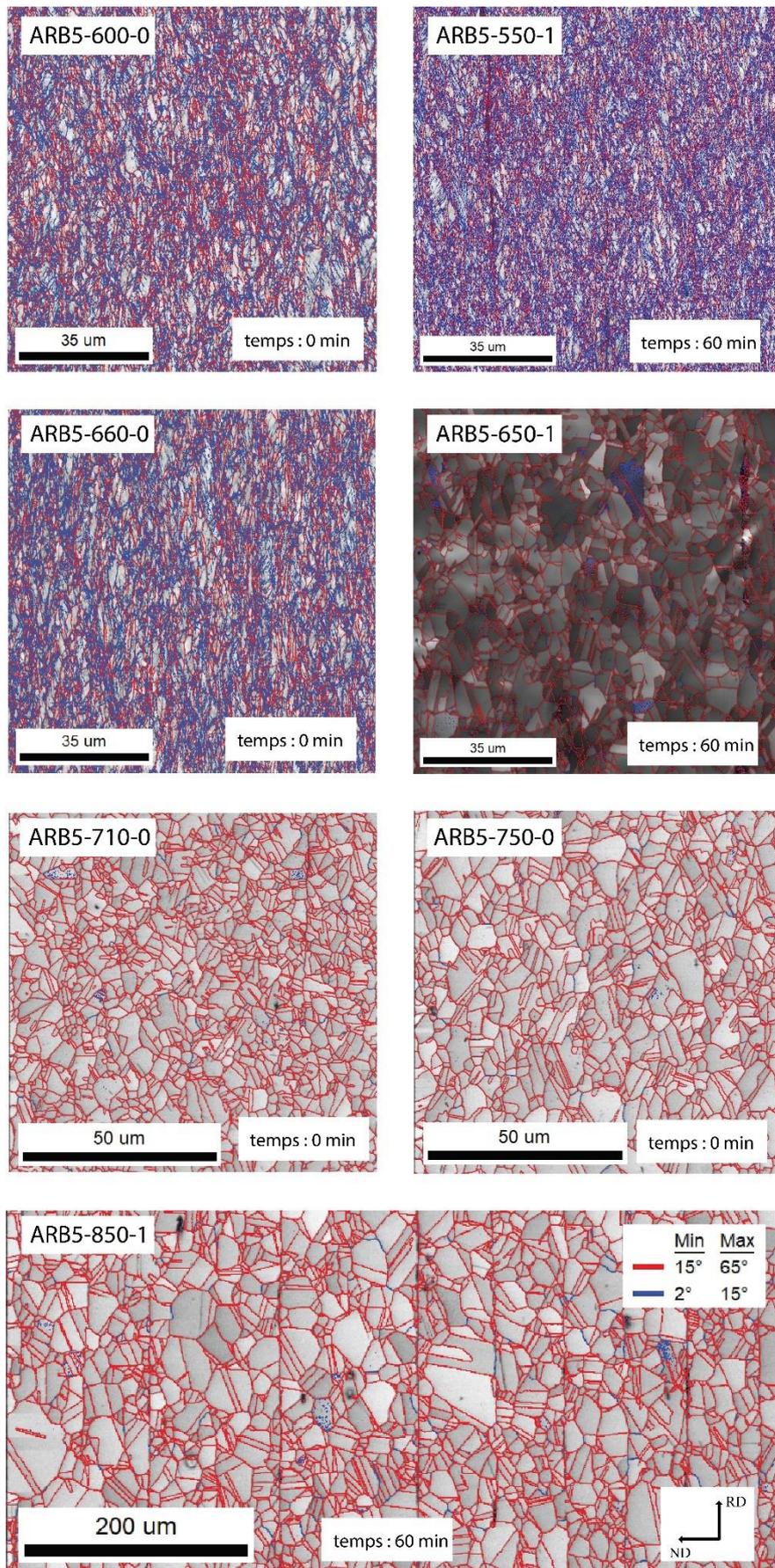


Figure III. 28: Micrographies IQ avec les joints des grains de Mumetal après ARB et recuits.

Pour les échantillons qui n'étaient pas recristallisés (ARB5-600-0, ARB5-660-0 et ARB5-550-1), la microstructure est principalement caractérisée par la couleur bleue, indiquant une forte proportion de LAGBs dans ces états. Cette forte proportion de LAGBs est une observation bien connue dans les échantillons après déformation plastique [133]. Cependant, après un recuit d'une heure à 650°C, les LAGBs disparaissent presque complètement et sont remplacés par des HAGBs de couleur rouge.

Ceci est un résultat attendu car à cette température, la recristallisation se produit, entraînant la formation de nouveaux grains dans toute la microstructure. Ce phénomène est également observé dans les échantillons traités à 710, 750 et 850°C.

De plus, une fraction significative de joints spéciaux $\Sigma 3$ 60° $\langle 111 \rangle$ est observée, ce qui est largement signalé dans de nombreux alliages de Ni et de Ni-Fe [100, 114, 123, 134–136]. En ce qui concerne la fraction de HAGBs, il est évident que le processus complet de recristallisation commence à des températures de recuit de 650°C pendant une heure.

III.D.2 Après HPT

La Figure III. 29 présente les cartographies IPF et KAM du Mumetal après 5, 10 et 20 tours d'HPT puis recuit à 550°C pendant une heure. En comparant avec les cartographies IPF des échantillons déformés par HPT (Figure III. 13), il est clair, d'après la Figure III. 29, que les grains n'ont pas subi un grand grossissement après le recuit à 550°C. La taille moyenne de grains avant la déformation HPT est de l'ordre de 200 nm, tandis qu'après le recuit, elle atteint 550 nm au maximum pour l'échantillon recuit après 10 tours d'HPT.

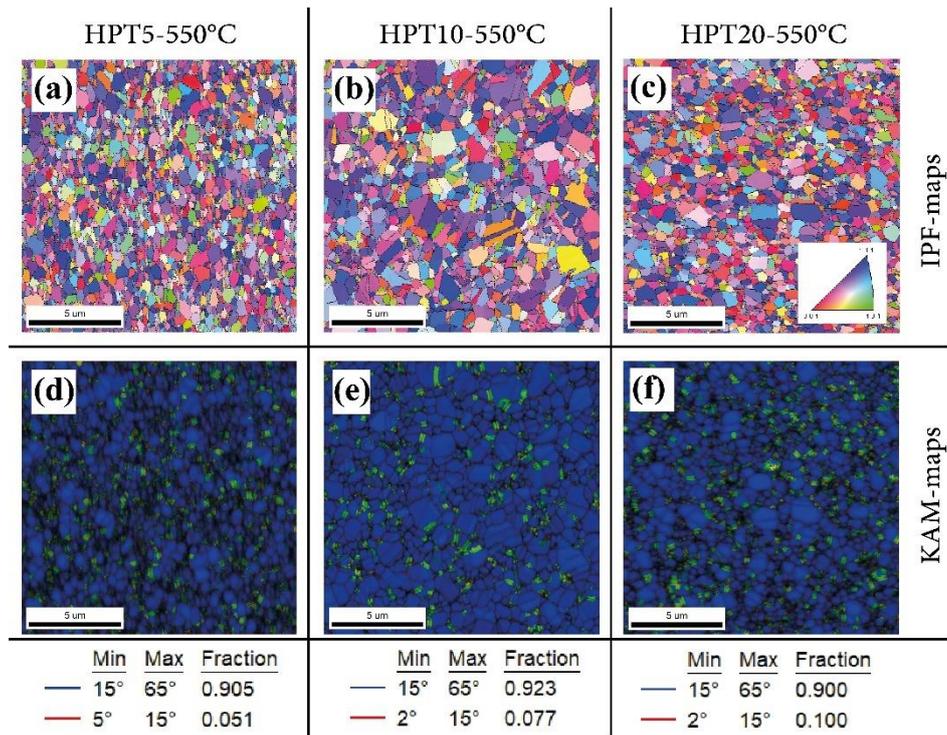


Figure III. 29 : Cartographies IPF et GOS de Mumetal après HPT et recuit à 550°C pendant une heure.

Discussion et conclusion

Ce chapitre s'est concentré sur l'étude de la microstructure, de la texture et de la dureté de l'alliage Mumetal déformé à l'aide de trois techniques SPD distinctes. L'analyse révèle que chaque technique produit un niveau d'affinement de grains différent. Après 20 tours d'HPT, on obtient la plus petite taille de grains de l'ordre de 190 nm, tandis que l'ARB conduit à une diminution significative de la taille de grains, mais avec un espacement qui reste d'environ 800 nm dans la direction normale. En revanche, la méthode CGP ne produit qu'un léger raffinement des grains après deux cycles (~15 % par rapport à l'état initial), mais présente une densité de dislocations élevée et un facteur GOS élevé.

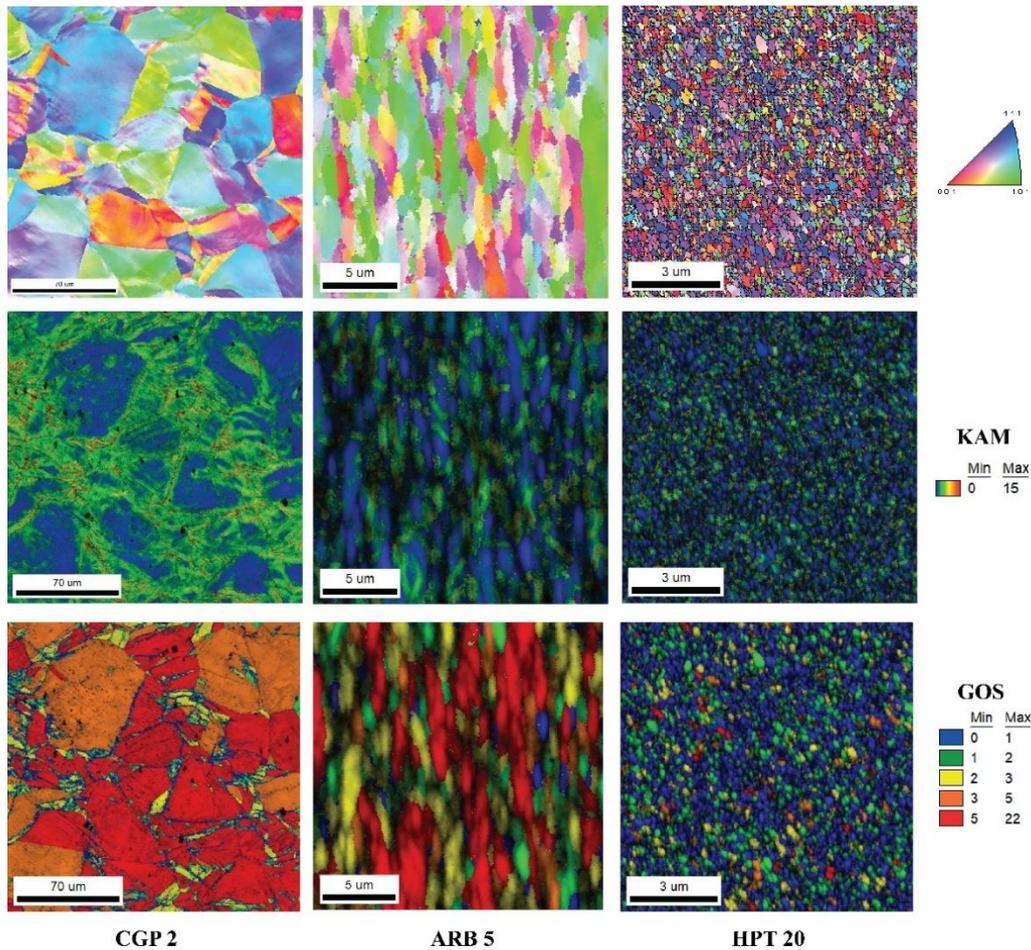


Figure III. 30 : Résumé des micrographies IPF, KAM et GOS après déformations plastiques sévères par ARB, CGP et HPT

La raison de l'absence d'un fort affinement des grains observée avec la méthode CGP pourrait être attribuée au fait que la géométrie des matrices utilisées n'est pas optimale pour atteindre le rapport de déformation souhaité. La condition requise pour le CGP est que la largeur de la rainure, la distance d'interface entre les rainures et l'épaisseur de l'échantillon de tôle soient égales [137]. Peng et al. [132] ont constaté que les matrices de pressage avec des rainures plus étroites présentent des taux de raffinement de grain plus élevés à des contraintes effectives plus faibles que les matrices de pressage avec des rainures plus larges. Dans la présente étude, l'épaisseur des échantillons traités est la moitié de la distance entre les deux rainures. Une autre raison est que nous n'avons pas pu dépasser deux cycles, car les matériaux sont devenus fragiles et les échantillons se sont fracturés pendant le troisième cycle. Il est possible d'effectuer un recuit à une température tiède intermédiaire après chaque passe afin de réduire la fragilité des échantillons en éliminant le maximum de dislocations et de contraintes résiduelles sans augmenter la taille moyenne de grains.

Les Figures III. 31 (a, b, c et d) présentent un récapitulatif de la taille des grains, de la fraction de grains recristallisés mesurée à partir de la méthode GOS, de la densité de dislocations mesurée à partir de l'approche KAM, et enfin de la dureté, respectivement pour l'état initial, après CGP, ARB et HPT. Deux échantillons de chaque méthode SPD ont été choisis.

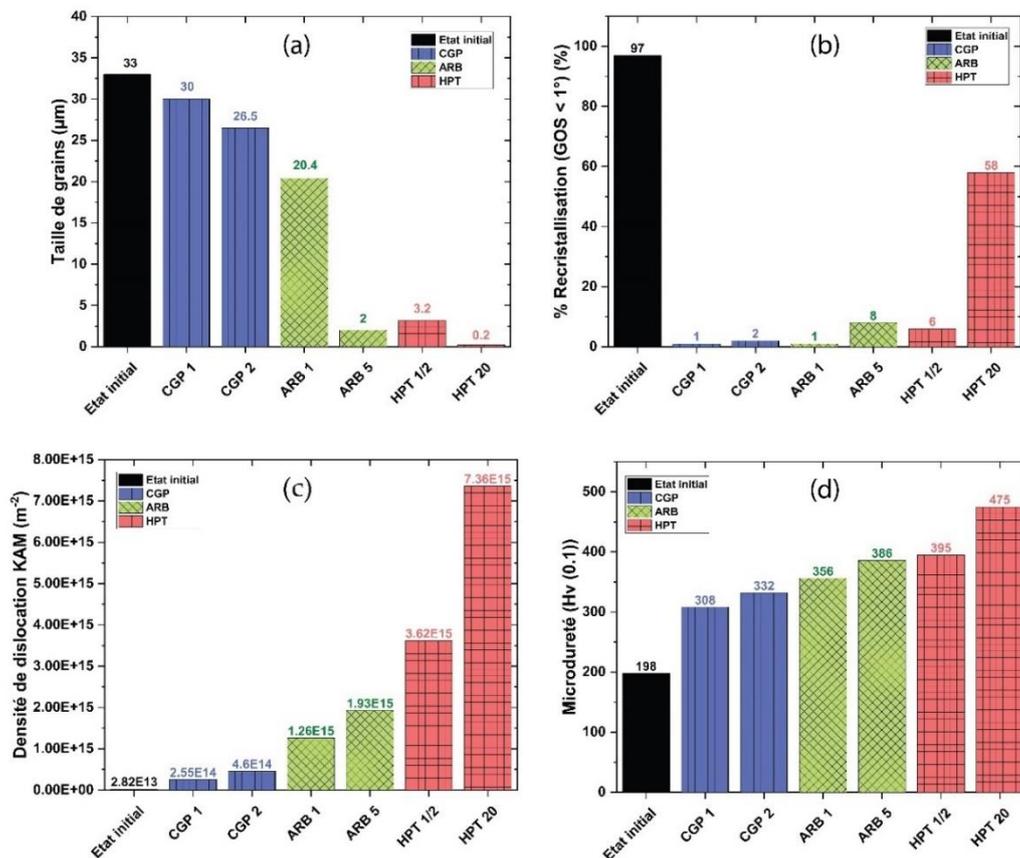


Figure III. 31 : Récapitulatif des valeurs de (a) : la taille des grains, (b) ; de la fraction de grains recristallisés mesurée à partir de la méthode GOS, (c) : de la densité de dislocations mesurée à partir de l'approche KAM, et (d) de la dureté, pour l'état initial, après CGP, ARB et HPT.

La Figure III. 31(a) confirme l'efficacité de ces trois méthodes en termes d'affinage des grains, en accord avec les observations discutées précédemment. Lorsque l'on compare ces valeurs avec la fraction de recristallisation des grains, on constate que pour le CGP et l'ARB, la fraction est très faible, ce qui signifie probablement que les contraintes appliquées n'étaient pas suffisantes pour accumuler les LAGBs résultants et former des HAGBs, et que les grains résultants contiennent toujours une proportion élevée de dislocations. En revanche, pour la méthode HPT, la fraction recristallisée était toujours relativement faible après ½ tour de HPT, mais, après 5 tours, la valeur de la fraction est d'environ 56 %. Cela indique la formation de nouveaux cristaux/grains avec des HAGBs et une faible fraction de dislocations à l'intérieur.

De manière inattendue, les valeurs de la densité de dislocations estimée à partir de la méthode KAM ne vont pas dans le sens de cette dernière explication, avec une valeur est plus élevée après le HPT par rapport au CGP et à l'ARB.

L'explication la plus probable est que la méthode KAM mesure uniquement les dislocations GND et qu'après l'ARB et le CGP, une grande proportion des dislocations présentes dans la microstructure est de type SSD, ce qui n'est pas pris en compte. Il est également possible que les paramètres utilisés pour la méthode KAM incluent également les joints de grains en tant que parois denses de dislocations accumulatives. Cependant, la dureté concorde bien avec les résultats observés de la taille des grains et de la densité de dislocations, la Hv étant connue pour être influencée par ces deux paramètres.

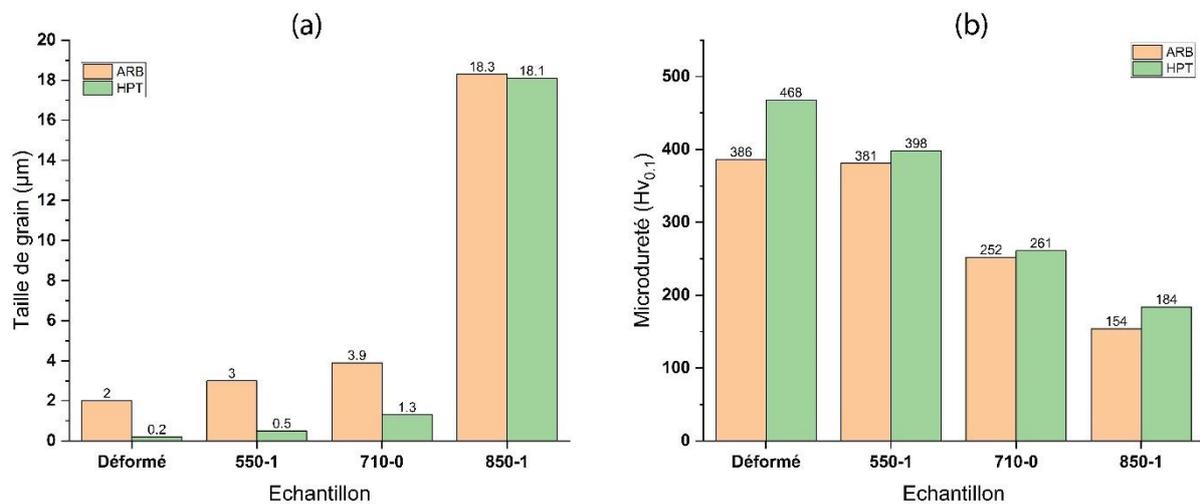


Figure III. 32 : Valeurs de (a) taille de grain, (b) dureté, pour l'échantillon à l'état déformé, après recuit à : 550°C pendant une heure, 710°C sans temps de maintien et à 850°C pendant une heure.

Après le recuit, notre attention s'est concentrée uniquement sur ARB et HPT, car le CGP n'a pas donné de caractéristiques très intéressantes. La Figure III. 32 présente trois configurations de recuit (550-1 : recuit à 550°C pendant une heure, 710-0 : recuit à 710°C sans maintien, et 850-1 : recuit à 850°C pendant une heure) pour les deux techniques SPD, illustrant les différences de taille de grains et de dureté. Il est évident qu'à mesure que la température de recuit augmente, la taille des grains augmente progressivement tandis que la dureté diminue, sauf après le recuit à 850°C, où la différence est remarquablement prononcée. C'est attendu et normal puisque le recuit à 710°C a déjà initié la recristallisation, et un recuit ultérieur a entraîné des phénomènes de grossissement. La taille des grains et la dureté sont bien connues pour être liées selon la théorie de Hall-Petch. La Figure III. 33 représente le graphique de tous les points après le

traitement SPD (points rouges) et après le recuit à des températures supérieures à la température de recristallisation (points noirs).

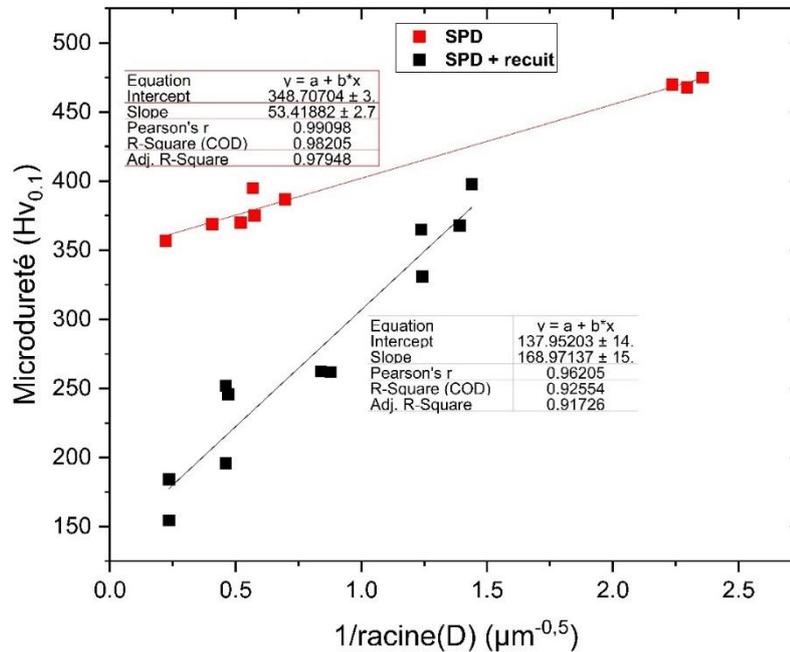


Figure III. 33 : Le graphique de Hall-Petch (dureté versus l'inverse de la racine carrée de la taille de grain, D) pour le Mumetal après une déformation plastique sévère par HPT et ARB (points rouges), et après SPD suivi d'un recuit (points noirs).

On peut observer que les points avant tout recuit présentent une différence de valeur et de pente par rapport à ceux après le recuit. On constate que la pente des points après le recuit est plus importante que celle des points sans aucun recuit. Cela peut s'expliquer par le fait que, dans le premier cas (SPD + recuit), essentiellement l'effet de la taille de grains joue le rôle dominant, tandis que dans le second cas (sans recuit), à la fois la taille de grains et les dislocations jouent un rôle crucial dans l'évolution de la dureté.

CHAPITRE IV : COMPORTEMENT MAGNETIQUE DU MUMETAL APRES DEFORMATION PLASTIQUE ET RECUIT

Introduction

Dans ce chapitre, dans la première partie, les propriétés magnétiques de l'alliage Mumetal sont étudiées après déformation par ARB, HPT et CGP, à la fois dans leur état déformé et après recuit sous différentes conditions pour les échantillons HPT et ARB. La seconde partie de l'étude vise à explorer la relation entre les paramètres magnétiques et la dureté et la taille de grains.

IV.1 Propriétés magnétiques du Mumetal après ARB et HPT.

La Figure IV. 1 présente les courbes d'hystérésis (aimantation M en fonction du champ appliqué H) pour l'alliage Mumetal traité par ARB après un, deux et cinq cycles. L'aimantation de saturation M_s et le champ coercitif H_c ont été déduits à partir de ces courbes. La Figure IV. 1a montre clairement une différence dans la largeur de la boucle d'hystérésis à $M = 0$ pour les trois échantillons. Ces changements sont dus à l'augmentation de la densité de dislocations, lesquelles entravent à la fois le mouvement des parois de domaines et la rotation des domaines [2]. Rappelons que les contraintes sont causées par diverses imperfections cristallines, en particulier les dislocations. Elles varient rapidement en amplitude et en signe sur des distances d'environ la même taille, voire plus petites, que la taille de grains [2]. En outre, la largeur des cycles d'hystérésis (Figure IV. 1b), qui correspond au double du champ coercitif, semble considérablement large pour l'échantillon après déformation par rapport à l'état initial. Cet élargissement est une indication évidente de la présence de défauts microstructuraux dans le matériau après déformation.

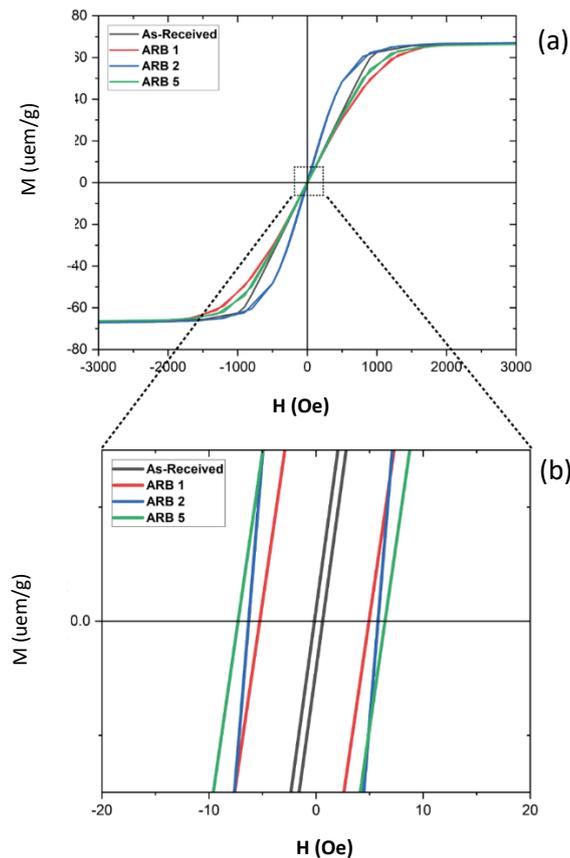


Figure IV. 1 : (a) Cycles d'hystérésis après 1, 2 et 5 cycles d'ARB et (b) zoom proche de $(H, M) = 0$.

La valeur de M_s est presque constante pour tous les échantillons (68 $\mu\text{em/g}$ ou 7,4 T), ce qui était attendu car M_s est un paramètre intrinsèque. La valeur de M_s obtenue correspond à celle trouvée par la société Aperam Alloys Imphy, le fournisseur des échantillons pour notre investigation.

IV.2 Effet du recuit sur le comportement magnétique de l'alliage Mumetal déformé

Comme mentionné dans la sous-section précédente, les boucles d'hystérésis sont influencées par les contraintes appliquées sur les échantillons. Étant donné que le recuit peut également altérer la microstructure et/ou réduire/éliminer ces contraintes, les boucles d'hystérésis sont affectées, principalement en termes de coercivité de l'échantillon. Le Tableau IV. 1 donne les valeurs de H_c pour certains échantillons recuits après 5 cycles d'ARB, ainsi que celle de l'état de réception.

Tableau IV. 1 : Valeurs du champ coercitif pour le Mumetal après ARB, HPT et recuit.

Etat thermomécanique	Etat de réception	ARB5	HPT5	ARB5-550	ARB5-650	ARB5-850	HPT5-550	HPT5-850
Champ coercitif (Oe)	0,38	6,80	3.25	0,21	0,14	0,20	0,17	0,16

Il est évident que la coercivité est bien plus petite que celle avant recuit. Cela indique que presque tous (ou du moins la plupart) des défauts à l'intérieur de la microstructure sont éliminés après recuit à 550°C. Par conséquent, tout recuit supplémentaire de l'échantillon à des températures plus élevées (jusqu'à 850 °C) ne provoquera pas un changement significatif par rapport aux valeurs de coercivité.

La première explication apparente est qu'à cette condition de recuit spécifique après 5 cycles d'ARB (550°C pendant 1 heure), la densité de dislocations diminue et atteint une valeur similaire ou comparable à celle de l'échantillon à l'état initial. Or, on a vu au contraire que la densité de dislocations pour cet état (ARB5 recuit à 550°C pour 1h) était aussi élevée que celle de l'échantillon déformé. De même la microdureté de l'état recuit est quasi identique à celle après déformation (386 and 375 Hv) (Point blue dans la Figure III. 8). Cette découverte ouvre la voie d'une réévaluation des facteurs pouvant affecter le comportement magnétique.

IV.3 Corrélation entre la microstructure, la dureté et le comportement magnétique du Mumetal après traitements thermomécaniques

De nombreuses études ont été réalisées pour explorer la relation entre la coercivité (H_c) et divers paramètres de la microstructure et de la texture [78–80, 127, 138–149]. Cependant, dans presque toutes ces études, aucune ne s'est spécifiquement concentrée sur l'investigation de la relation simultanée entre la taille de grains, la densité de dislocations, la dureté et la coercivité. Dans cette étude, notre attention se porte sur l'évolution de H_c en fonction de la taille de grains moyenne et de la dureté du Mumetal après déformation plastique sévère et recuit ultérieur.

IV.3.a Après déformation plastique sévère (ARB, HPT et CGP)

La Figure IV. 2 résume les cartographies IPF des échantillons déformés par les trois techniques de déformation plastique sévère : ARB, HPT et CGP. On observe que l'utilisation de ces trois techniques a donné un groupe d'échantillons avec différentes tailles moyennes de grains, ce qui les rend appropriés pour étudier leur relation avec le comportement magnétique.

En considérant la microstructure, la dureté et les propriétés magnétiques analysées, Le Tableau IV. 2 résume les paramètres mesurés pour le Mumetal après ARB, HPT et CGP. À partir de ce tableau, les relations entre la coercivité, la taille de grains et l'inverse de la dureté pour le Mumetal après hyperdéformation peuvent maintenant être mise en évidence, comme le montre respectivement les Figure IV. 3a et b.

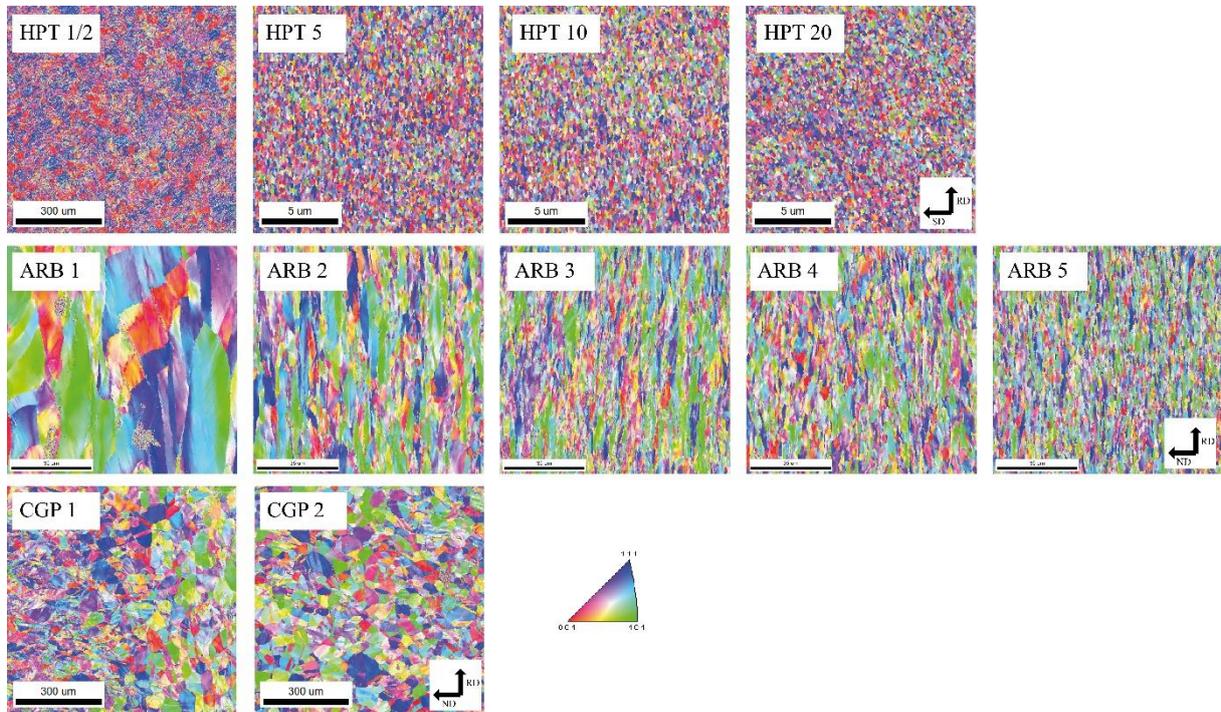


Figure IV. 2 : Cartographies IPF du Mumetal après HPT, ARB et CGP pour différents nombres de cycles

Tableau IV. 2 : Valeurs des paramètres microstructuraux et magnétiques pour le Mumetal après ARB, HPT et CGP.

Echantillon	Coercivité (Oe)	Taille de grain (μm)	Microdureté ($Hv_{0.1}$)	Densité de dislocations (m^{-2}) $\times 10^{14}$	GOS (% - $<1^\circ$)
Etat initial	0,38	33	198	0,3	97
ARB 1	5,10	20,4	356	12	0,1
ARB 2	6,04	7,5	369	19	0,5
ARB 3	8,58	3,7	370	20	4,3
ARB 4	6,02	3,0	375	21	1,1
ARB 5	6,86	2,0	386	19	8,1
HPT 1/2	7,49	3,1	395	36	6,4
HPT 1	/	/	455	/	/
HPT 2	4,86	/	469	/	/
HPT 5	3,25	0,19	468	70	49,7
HPT 10	3,66	0,20	470	73	52,2
HPT 20	4,35	0,18	475	73	58,9
CGP 1	2,77	30	308	2,5	1,5
CGP 2	2,83	26,5	332	4,6	2,4

De plus, ces courbes sont enrichies de points provenant de trois échantillons supplémentaires de l'alliage Invar qui ont subi une déformation par HPT.

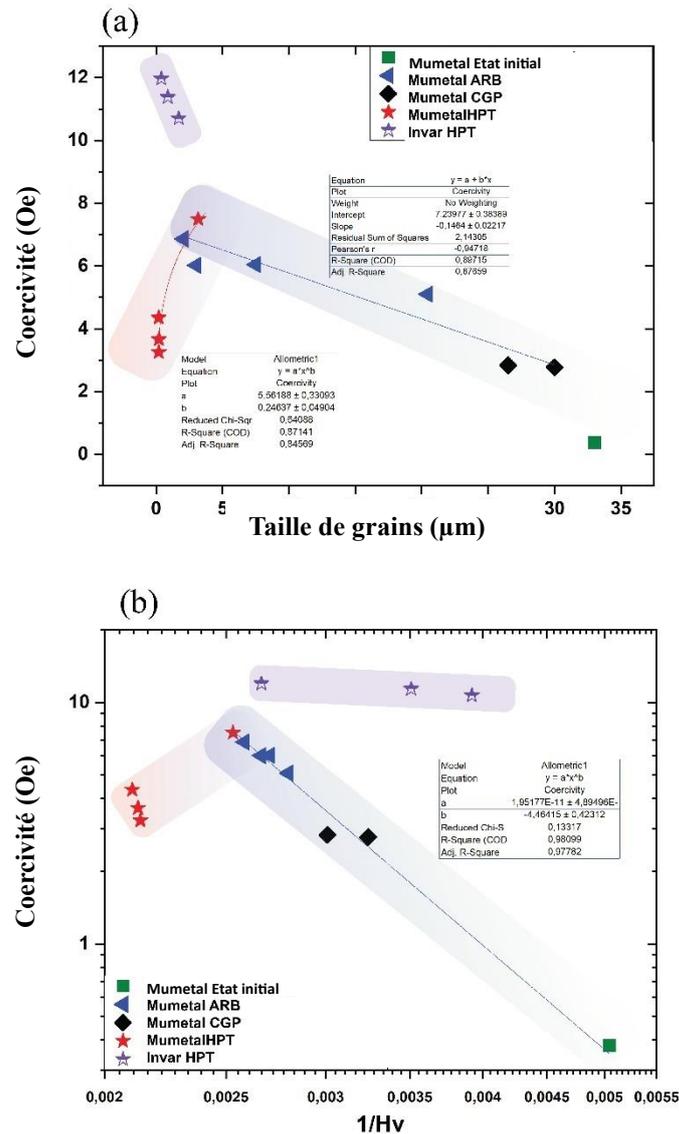


Figure IV. 3 : Evolution de la coercivité avec : a) la taille de grains et b) la microdureté.

Comme le montrent les études de Herzer [7, 83, 85] sur des alliages magnétiques doux, l'effet de la taille de grains sur la coercivité est caractérisé par deux régimes distincts. Lorsque la taille de grains D dépasse la longueur d'échange ferromagnétique, H_c est connu pour être proportionnel à $1/D$, tandis que H_c devient proportionnel à D^6 lorsque la taille de grains est inférieure à la longueur d'échange magnétique (épaisseur des parois des domaines magnétiques).

D'autres chercheurs ont étudié l'évolution des propriétés magnétiques après un traitement SPD [145, 150–154]. Hosokawa et al. [152] ont étudié la microstructure et les propriétés magnétiques dans des intermétalliques de fer de structure nanométrique produits par HPT. Les tailles de grains minimales obtenues par déformation HPT étaient respectivement de 265 nm

pour le fer pur, 152 nm pour le FeCo et 207 nm pour le FeNi₃. La taille de grains minimale atteinte par déformation HPT dans ces matériaux ne peut jamais être inférieure à 100 nm, et donc la coercivité suit la loi 1/D [7]. Susan et al. [145] ont rapporté que les défauts de réseau ont un rôle dominant sur les propriétés magnétiques pour les matériaux à gros grains après l'ECAP de l'alliage 49Fe-49Co-2V.

Dans la présente étude, après ½ tour d'HPT, la taille de grains passe de 30 à 3 µm (diminution de 100 %) et Hc augmente de 0,38 à 7,59 Oe (augmentation de 1500 %). Ceci est attendu car le mouvement des parois des domaines magnétiques est empêché par les joints des grains et les dislocations. Il est clair qu'une augmentation de D (lorsque D > 3 µm) entraîne une diminution de Hc (Figure IV. 3(a)), ce qui est cohérent avec les observations de Herzer sur les matériaux polycristallins traditionnels. Pour les tailles de grains inférieures à 3 µm, Hc diminue malgré une augmentation de la densité de dislocations et de la microdureté. Ce phénomène peut être attribué au fait que les grains deviennent plus petits que la longueur d'échange ferromagnétique de l'alliage Mumetal, qui est d'environ 1 à 3 µm [89]. Le comportement du Mumetal après HPT diffère de celui de l'alliage Fe₃₆Ni (Invar) où Hc augmente avec la diminution de la taille de grains (points violets sur la Figure IV. 3(a). Cette évolution est cohérente avec le fait que la taille de grains de l'Invar déformé reste plus grande que sa longueur d'échange magnétique, qui est d'environ 0,1 à 0,2 µm [89]. Ces observations confirment les propriétés magnétiques uniques du Mumetal étudié ici. Cependant, la diminution de Hc ne suit pas le comportement en D⁶ observé par Herzer, ce qui pourrait être dû à la densité de dislocations élevée dans les échantillons utilisés dans cette étude car la courbe de Herzer ne traite que les matériaux partiellement amorphes et nanocristallins qui ont été recuits pour minimiser ρ. A ce stade, on peut supposer que l'affinement des grains joue un rôle dominant par rapport à la densité de dislocations.

Pour l'évolution de Hc en fonction de la microdureté (Figure IV. 3(b)), nous pouvons observer que pour D > 3 µm :

$$Hc = \alpha * Hv^n \dots\dots\dots \text{Equation IV. 2}$$

Où α est une constante égale à 2.10⁻¹¹, Hv est la valeur de la microdureté Vickers, et n égale à -4.4.

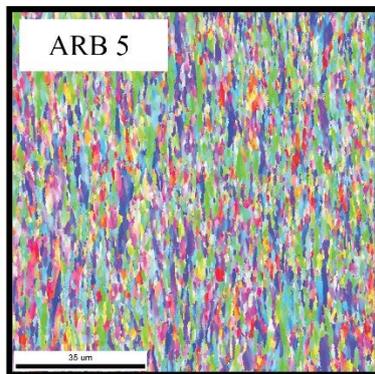
Cela signifie que, dans les matériaux polycristallins déformés, H_c peut être prédit à partir d'un simple test de microdureté en utilisant l'Equation IV. 2. Cette valeur de H_c dépend de la microdureté, qui augmente avec la présence de tous types de défauts tels que les joints de grains, les lacunes, les dislocations et les cellules de dislocations. Ces entités servent de sites d'ancrage pour les parois de domaines magnétiques, ce qui augmente la coercivité. Xiang et al. [147] ont étudié l'effet des motifs de dislocations sur la structure de domaines magnétiques du nickel polycristallin pur. Ils ont constaté que la présence de structures de déformation dans les métaux ferromagnétiques peut entraver le mouvement des domaines magnétiques et affecter les propriétés magnétiques. Lo et al. [155] ont étudié l'influence des dislocations sur les parois de domaines en utilisant la modélisation de l'hystérésis magnéto-mécanique et ont révélé que l'effet d'ancrage des dislocations est proportionnel à la puissance n de la densité de dislocations, ce qui est le mécanisme sous-jacent à l'augmentation de la coercivité. En conséquence, on peut affirmer que l'utilisation de l'hyperdéformation peut être une approche efficace pour créer des matériaux ayant des caractéristiques mécaniques robustes. Cependant, pour les matériaux magnétiques doux, un traitement thermique peut être nécessaire après le traitement de déformation pour restaurer une partie de la "souplesse" magnétique du matériau.

IV.3.b Après déformation plastique sévère et recuit

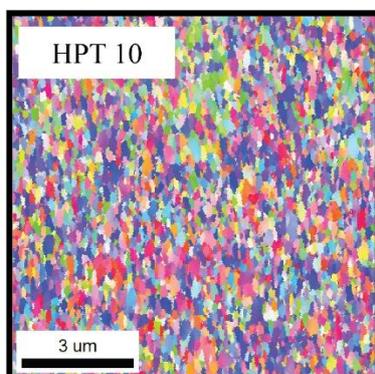
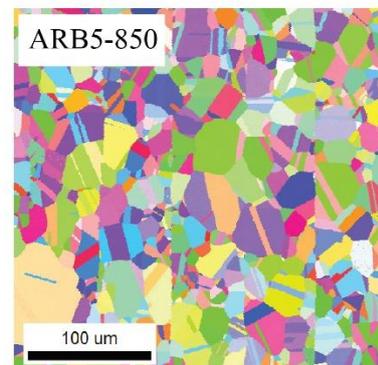
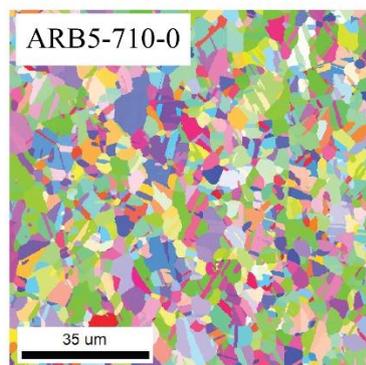
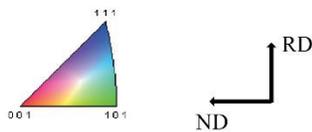
Dans la dernière sous-section, les effets de la taille de grains, de la dureté et de la densité de dislocations après déformation plastique ont été discutés, et il a été constaté que les techniques de déformation plastique sévère (en particulier HPT et ARB) étaient capables de produire du μ métal ayant de bonnes propriétés mécaniques pour l'alliage traité. Cependant, les défauts produits à l'intérieur des matériaux agissent également comme des obstacles pour le mouvement des parois des domaines magnétiques, entraînant ainsi une perte significative de la douceur magnétique du matériau.

Pour étudier l'effet de la taille de grains seul, un groupe d'échantillons avec différentes conditions de recuit a été préparé afin d'obtenir une série d'échantillons avec la densité minimale des dislocations/défauts et des tailles de grains différentes. La Figure IV. 4 présente les cartographies IPF de six échantillons : 2 après déformation par ARB et HPT et 4 avec deux recuits différents. Comme on peut le constater, les échantillons recuits présentent différentes tailles de grains variant de 2 à 18 μ m. Les résultats extraits à partir des cartographies GOS ont montré que, pour les quatre échantillons sélectionnés, le pourcentage des grains recristallisés était d'au moins 91%. De plus, avec les cartographies KAM, l'analyse a révélé que les valeurs

de densité de dislocations pour tous ces échantillons recuits étaient très faibles et comparables à celles du Mumetal à l'état initial.



Echantillon	Taille de grains (μm)
ARB5	2.0
ARB5-710-0	3.9
ARB5-850	18.3



Echantillon	Taille de grains (μm)
HPT10	0.2
HPT10-710-0	1.3
HPT5-850	18.1

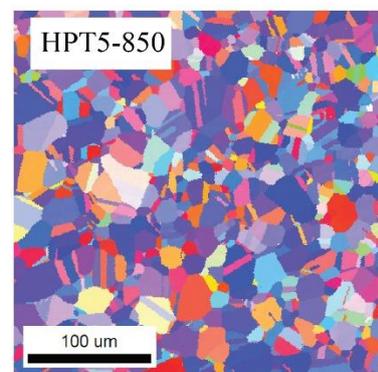
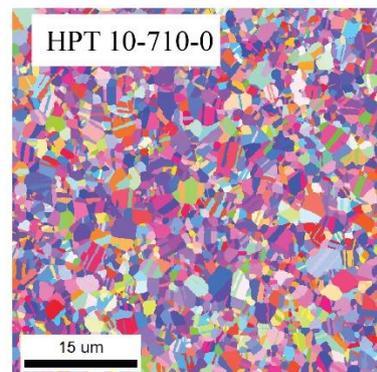
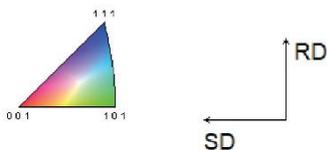


Figure IV. 4 : (a) Cartographies IPF du Mumetal après déformation par ARB, HPT et recuit.

L'évolution de H_c en fonction de la taille de grains des différents échantillons étudiés est décrit sur la Figure IV. 5.

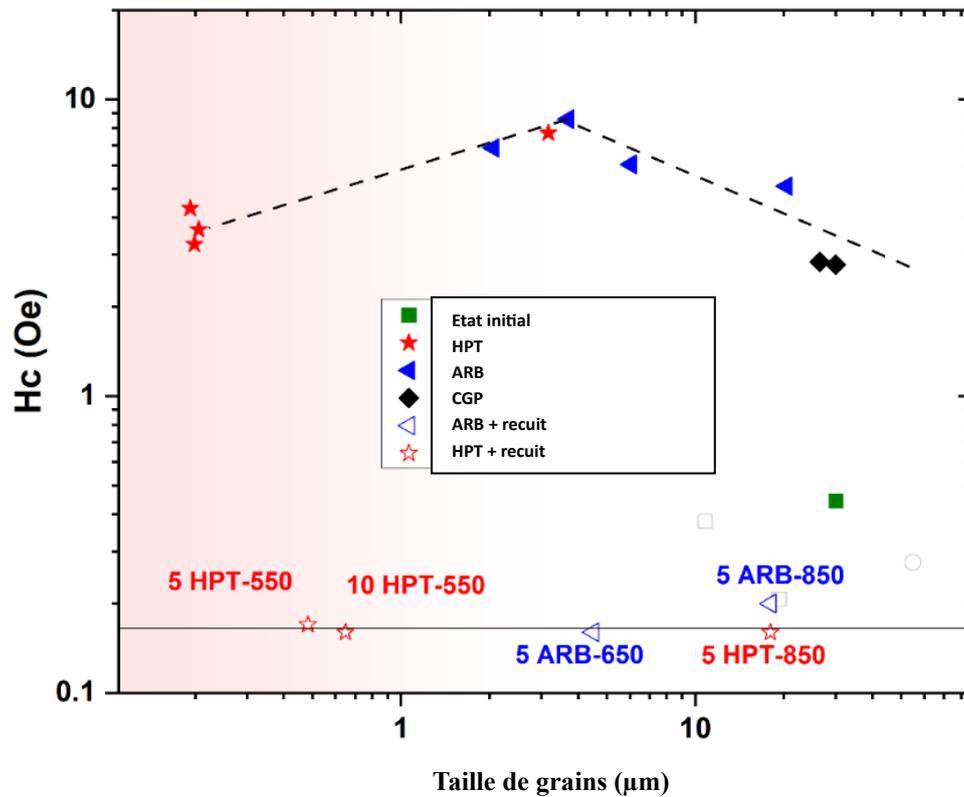


Figure IV. 5 : Evolution de H_c en fonction de la taille de grains pour le Mumetal après déformation (ARB, HPT et CGP) et recuit.

Tous les échantillons après recuit ont montré une coercivité (H_c) comprise entre 0,1 et 0,2 Oe, indépendamment de la taille moyenne de grains (entre 0.6 et 18.3 μm) et de la dureté (entre 190 et 395 Hv). Cela suggère l'intervention d'un autre facteur pendant le recuit. L'analyse par DRX n'a montré aucune preuve de création d'une nouvelle phase ou d'un changement de la phase existante. Afin de comprendre les changements progressifs de H_c en fonction de la température ainsi que sa corrélation avec l'évolution de la dureté, le Mumetal après 5 cycles d'ARB a été recuit à différentes températures allant de 300°C à 650°C Recuit pendant une heure et refroidissement dans le four. Les résultats sont présentés sur la Figure IV. 6.

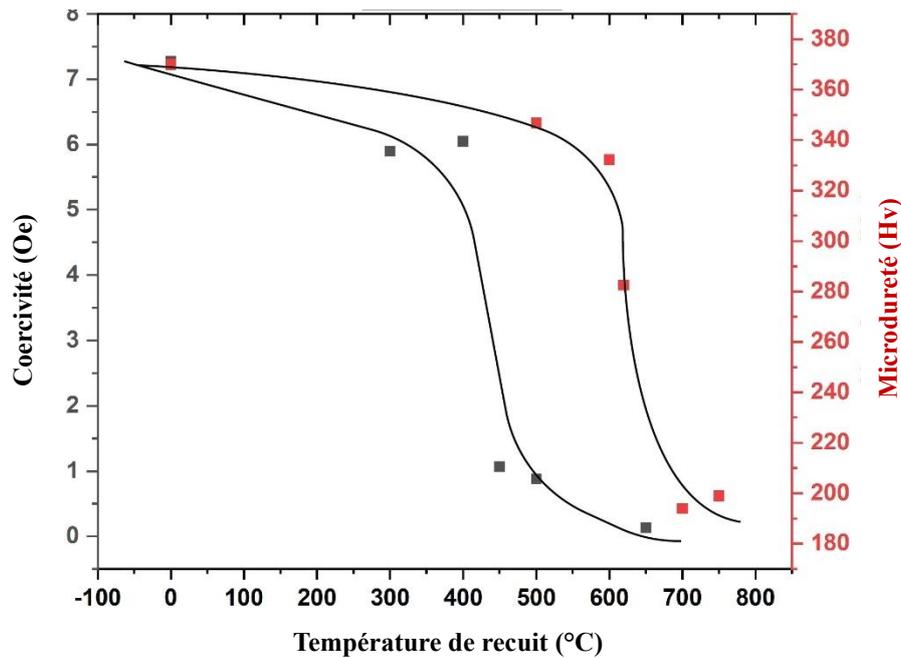


Figure IV. 6 : Evolution des valeurs de coercivité et de microdureté avec la température de recuit pour le Mumetal après 5 cycles d'ARB.

Cette figure montre que H_c diminue d'environ 7 Oe à environ 6 Oe après le recuit à 300°C. Cette diminution est probablement due à la réduction des contraintes et des défauts à l'intérieur du matériau. Après le recuit à 400°C, H_c reste presque inchangé. La variation la plus notable est observée après le recuit à 450°C, où H_c est chuté d'environ 6 à 1 Oe. Un recuit à des températures plus élevées n'entraîne qu'une réduction progressive de H_c qui atteint 0,2 Oe après le recuit à 650°C. La baisse significative de H_c est probablement due à la quasi-disparition de tous les défauts et dislocations à l'intérieur de l'alliage, ainsi qu'à l'augmentation de la taille de grains dans la microstructure.

Pour confirmer cette explication, cette plage de température doit également correspondre à une réduction de la dureté et de la densité de dislocations. Fait étonnant, la baisse des propriétés mécaniques se produit dans la plage de température entre 600°C et 650°C et non pas à 450°C, comme l'indique l'évolution de la microdureté (Figure IV. 6).

En ce qui concerne la densité de dislocations, la Figure IV. 7 présente les cartographies des joints de grain et de GOS du Mumetal après 5 cycles ARB et recuit à 550°C et 650°C. Les cartographies GOS indiquent que, pour les deux échantillons avant et après recuit à 550°C, la fraction recristallisée des grains est très faible. Les valeurs de dureté concordent également avec cette observation, montrant un changement minime après ce recuit. Cependant, comme le

montre la Figure IV. 6, la valeur de Hc a fortement diminuée après le recuit de 550°C. Pour l'échantillon recuit à 650°C, presque tous les grains sont recristallisés, et la dureté chute brusquement par rapport aux échantillons avant et après le recuit à 550°C. Cela est différent après recuit à 650°C, où la densité de dislocations devient comparable à celle de l'état avant tout traitement thermomécanique. On peut conclure que la recristallisation de cet alliage a lieu aux alentours de 650°C et ne peut donc pas expliquer la chute de Hc vers 450°C.

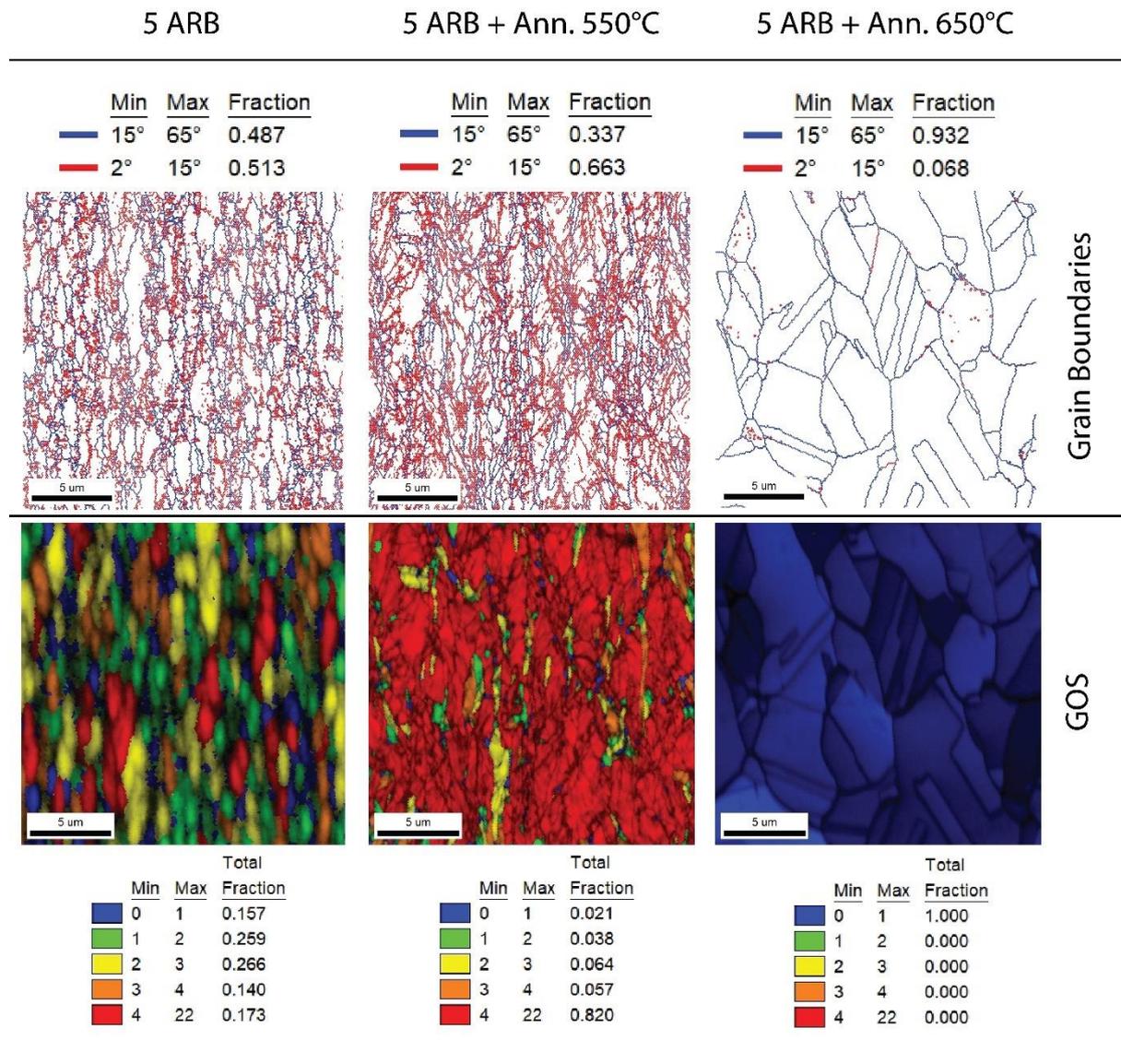


Figure IV. 7 : Cartographies des joints des grains, et GOS pour le Mumetal après 5 cycles d'ARB : sans recuit, recuit à 550°C et recuit à 650°C.

Il y a donc un autre facteur influençant le comportement magnétique du Mumetal pendant le recuit. Un facteur possible pourrait se traduire par des changements dans la morphologie des

domaines magnétiques pendant le recuit. H_c diminue dans la plage de température entre 400°C et 450°C, ce qui coïncide avec la température de Curie de l'alliage Mumetal ($T_c = 420^\circ\text{C}$) telle qu'elle est rapportée dans la fiche technique fournie par Aperam Alloys Imphy [77]. Cela suggère qu'après avoir atteint cette température, les domaines magnétiques subissent des changements morphologiques de sorte que les défauts/dislocations existants et les joints de grains ne servent plus de sites de piégeage pour le mouvement des domaines. Du moins, ils deviennent moins affectés par une grande partie des défauts, ce qui entraîne une baisse de la coercivité après le recuit à cette température. Il est également possible que les deux phénomènes se produisent dans cette plage de température (400-450°C), où les contraintes résiduelles sont minimisées et où les parois de domaine subissent des changements spécifiques pour surmonter l'effet de blocage causé par les défauts restants dans la microstructure.

Il n'est donc pas étonnant d'observer sur la Figure IV. 6 des valeurs de H_c très faibles pour des recuits supérieurs à 550°C et ceci indépendamment de la taille de grains et de la dureté, puisque la température de Curie du Mumetal a été dépassée.

Pour comprendre mieux comment les domaines magnétiques et les parois de domaines réagissent, la microscopie à force Magnétique (MFM) constitue un outil précieux pour élucider leur structure. Des tests ont été réalisés sur plusieurs échantillons présentant des conditions thermomécaniques et des préparations de surface diverses. Deux échantillons ont montré des réponses magnétiques détectables lors de l'analyse MFM.

Le premier échantillon (Figure IV. 8(a,b,c)) était un Mumetal soumis à 5 tours de HPT suivi d'un recuit à 850°C pendant une heure. La Figure IV. 8(a) affiche une micrographie de microscope à force atomique (AFM) montrant la morphologie de la surface, avec des lignes observables résultant du polissage mécanique, ce qui rend difficile l'identification des grains en raison des rayures profondes induites par le polissage. En revanche, la Figure IV. 8(b) révèle des structures de domaines magnétiques intrigantes via la sonde magnétique, illustrant des domaines en forme de "labyrinthe" (en Anglais : maze), une morphologie observée dans des matériaux multicouches nanométriques pour des applications de mémoire magnétique dans des études antérieures [156–159]. Le gradient de couleur dans cette carte représente l'orientation des moments magnétiques, avec une épaisseur de domaine d'environ 1,4 à 3 μm .

La Figure IV. 8(c) représenté un transition entre deux domaines opposés, estimant la largeur des parois de domaine à environ 200 nm. Cette largeur diffère notablement des rapports

antérieurs pour des alliages similaires (entre 1 et 3 μm) [89], potentiellement en raison de variations de la composition chimique ou des processus thermomécaniques (HPT et recuit) appliqués à l'alliage. Une enquête approfondie est cruciale pour mieux comprendre les mécanismes influençant l'épaisseur des domaines magnétiques et de leurs parois.

Les Figure IV. 8(d) et (e) présentent des cartes de AFM et MFM pour le Mumetal après électropolissage de sa surface. L'analyse AFM dans la Figure IV. 8(d) met clairement en évidence les macles de recristallisation (indiquées par des flèches bleues), tandis que l'analyse MFM dans la Figure IV. 8(e) distingue deux structures de domaines magnétiques. À l'intérieur des grains normaux, un motif en forme de labyrinthe est observé, bien que les limites soient perturbées et en zigzag. À noter que, entre les macles, la structure magnétique diffère considérablement de celle à l'intérieur des grains simples, indiquant que la désorientation des grains et la texture cristallographique et l'orientation des grains par rapport à la surface libre influencent le comportement et le motif des domaines magnétiques.

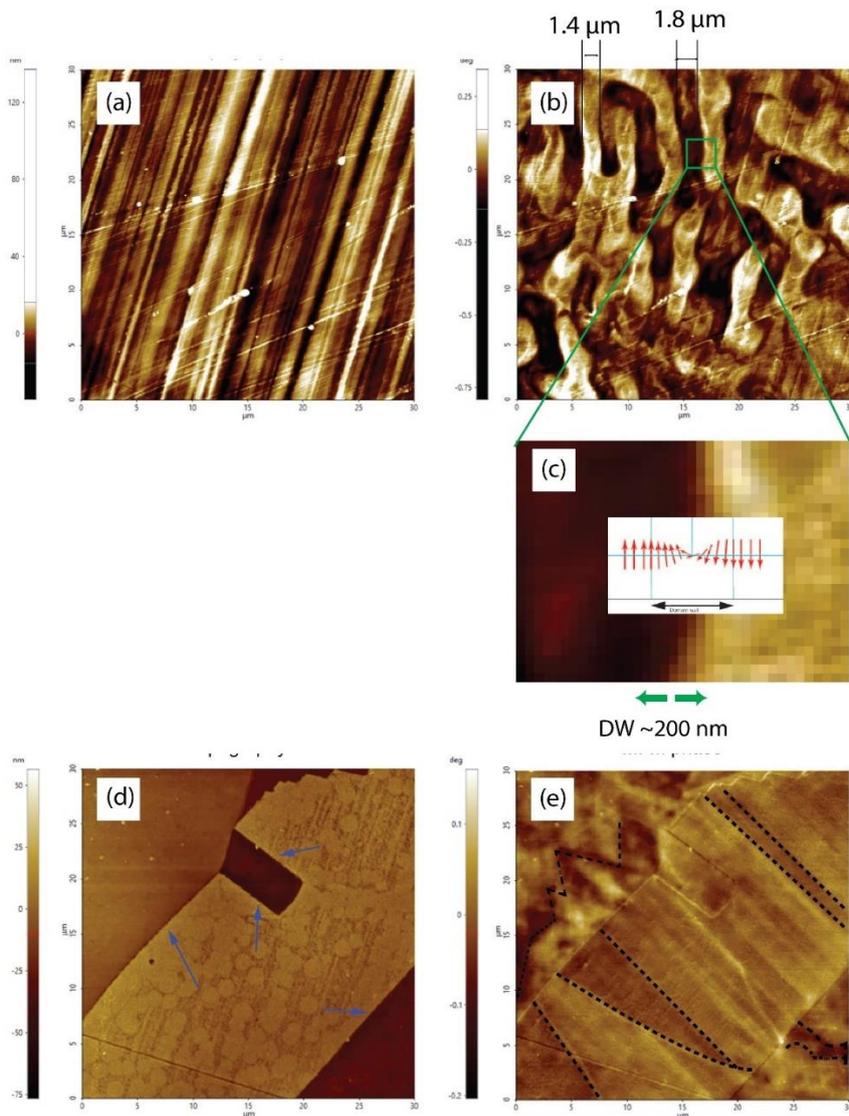


Figure IV. 8 : Cartographies AFM/MFM de Mumetal ; (a) (AFM) 5 tours HPT et recuit à 850°C pour une heure, (b) (MFM) 5 tours HPT et recuit à 850°C pour une heure, (c) (MFM) zoom sur le carré en vers sur (b), (d) (AFM) état initial, (e) (MFM) état initial.

Dans l'ensemble, la technique MFM se révèle fiable pour étudier les domaines magnétiques et leurs interactions avec les caractéristiques microstructurales. Cependant, elle nécessite la spécification de paramètres tels que le champ magnétique appliqué, les conditions de préparation de la surface de l'échantillon et la dépendance à la température pour obtenir des informations complètes sur les mécanismes d'interaction et d'accrochage des domaines et parois magnétiques avec les grains et les joints de grains.

IV.4 Combinaison optimale de dureté mécanique et de douceur magnétique du Mumetal après traitement thermomécanique.

Suite à l'analyse complète du comportement magnétique ainsi que des caractéristiques microstructurales après traitements thermomécaniques présentée dans ce chapitre, il est maintenant utile de mettre en évidence la combinaison la plus favorable de propriétés mécaniques et magnétiques pour le Mumetal. La Figure IV. 9 présente des graphiques en mode Radar plots pour certains des échantillons du Mumetal après différents traitements thermomécaniques.

Le Mumetal à l'état de réception présente une excellente et très faible coercivité magnétique, ce qui est typique pour ce type d'alliage. De plus, il présente une densité de dislocations relativement faible et une microdureté d'environ 190 Hv. Cependant, après une déformation plastique sévère en utilisant les trois techniques, la dureté de l'alliage s'est considérablement améliorée. Les valeurs de dureté les plus élevées ont été observées après la déformation HPT pour 5, 10 et 20 tours, tandis que les plus basses ont été constatées après la déformation CGP, qui n'a pas permis d'affiner correctement la microstructure par rapport à l'ARB et l'HPT. Par ailleurs, la coercivité magnétique a considérablement augmenté après la déformation plastique.

Lors de l'analyse des échantillons soumis à différents traitements de recuit à différentes températures, les résultats ont révélé que le Mumetal après 5 cycles d'HPT et recuit à 850°C présente une coercivité légèrement inférieure à celle de l'état initial. Cette amélioration a été obtenue grâce à une recristallisation complète et à l'élimination de presque tous les défauts dans la microstructure. Cependant, en raison de cette recristallisation, la microdureté a diminué pour atteindre environ 180 Hv, soit une valeur inférieure à celle de l'état initial.

Les résultats les plus remarquables ont été obtenus pour les échantillons après 5 cycles d'ARB et 5 tours d'HPT, et un recuit à 550°C pendant 1 heure. En effet, pour l'échantillon après ARB et recuit à 550°C, la valeur de H_c est pratiquement similaire à celle de l'état initial et nettement meilleure que celle de tous les échantillons déformés. La microdureté a atteint environ 375 Hv, soit environ 90 % de plus que la valeur initiale.

La meilleure combinaison a été observée pour les échantillons après 5 tours d'HPT et un recuit à 550°C pendant une heure. Après ce traitement, la dureté obtenue a atteint 398 Hv, dépassant même la dureté des échantillons d'ARB déformés et dépassant largement celle de l'état initial

(110% de plus). En ce qui concerne le comportement magnétique, la coercivité de cet échantillon particulier est de 0,17 Oe (contre 0.38 Oe pour l'état initial). De plus, en termes de microstructure, cet échantillon présentait présente une taille de grains moyenne de 483 nm, la plus petite parmi tous les échantillons de Mumetal recuits, ce qui lui assure des propriétés mécaniques (notamment en fatigue) intéressantes.

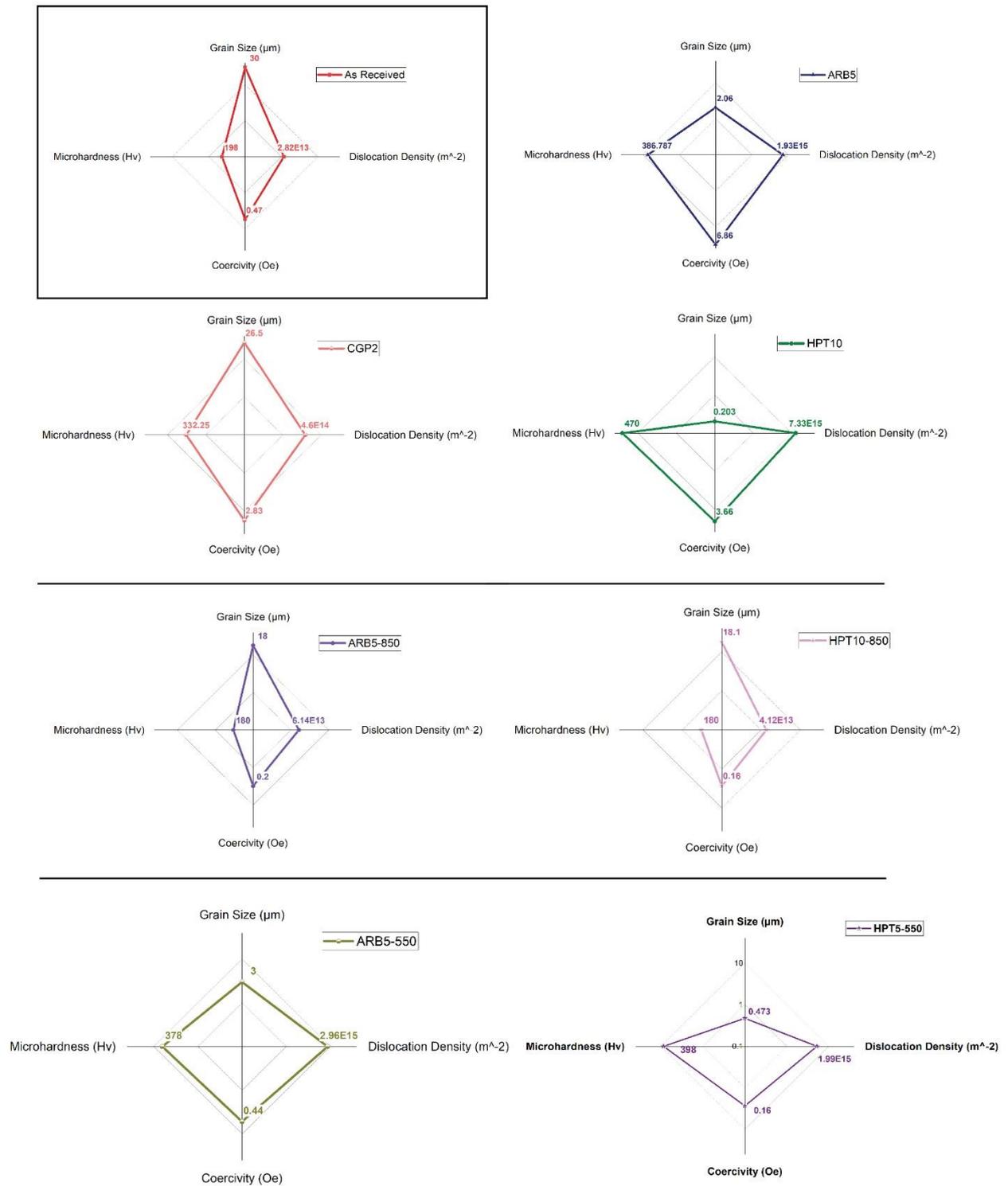


Figure IV. 9 : Propriétés des différents échantillons de Mumetal après déformations plastiques sévères et recuit.

Conclusion

Les propriétés magnétiques de l'alliage Mumetal ont été déterminées avec succès en utilisant le VSM.

En général, H_c est très grand dans les échantillons après hyperdéformation plastique par rapport aux valeurs déterminées après un recuit ultérieur à des températures supérieures à 450°C.

Pour le recuit à des températures supérieures à la température de Curie de Mumetal (420°C), on émet l'hypothèse que la morphologie des domaines magnétiques change de manière à ce que les parois des domaines magnétiques soient moins affectées par les défauts de la microstructure. Pour vérifier cette hypothèse, il serait souhaitable de réaliser une analyse profond en Microscopie à Force Magnétique [160, 161] ou d'autre technique (microscope à effet de Kerr) pour observer le mouvement des domaines magnétiques et des parois des domaines magnétiques pendant le changement de champ appliqué et durant le recuit. De plus, une analyse complète des défauts (GND + SSD) dans les matériaux en utilisant des techniques de diffraction à haute énergie comme les neutrons [162] est essentielle.

Grâce à des traitements thermomécaniques de déformation plastique par SPD suivis de traitements thermiques ajustés, il est possible d'atteindre une combinaison optimale de dureté mécanique et de douceur magnétique pour le Mumetal. Dans cette étude, l'alliage obtenu après 5 tours d'HPT et un recuit à 550°C pendant une heure a montré une amélioration de 100% de la dureté initiale et une coercivité deux fois meilleure que celle de l'alliage Mumetal initial. Une autre solution pourrait être le recuit sous champ magnétique ou sous contraintes appliquées.

Conclusion générale

Dans cette thèse, nous avons entrepris une exploration approfondie des propriétés mécaniques et magnétiques d'un matériau magnétique doux, l'alliage Mumetal (Fe-80%Ni-5%Mo). Notre parcours de recherche nous a conduit à utiliser divers processus de déformation plastique sévère (SPD), notamment le multi-laminage (ARB), la torsion sous haute pression (HPT) et le pressage ondulé (CGP), dans le but de comprendre l'évolution des propriétés magnétiques et mécaniques de cet alliage jusqu'à des microstructures ultrafines et de pouvoir ensuite proposer des améliorations de ses performances. Les connaissances et conclusions tirées de chaque partie de cette étude peuvent être résumées comme suit :

1. Propriétés Mécaniques :

À travers les processus d'ARB, d'HPT et de CGP, nous avons obtenu un affinement remarquable de la taille de grains du Mumetal, aboutissant à des microstructures à grains ultrafins ($100 \text{ nm} \leq D \leq 1 \text{ }\mu\text{m}$).

La dureté du Mumetal présente des améliorations significatives à la suite de la déformation plastique sévère ($H_v = 330$ pour 2 cycles de CGP, 375 pour 5 cycles d'ARB et 470 pour 20 tours d'HPT).

2. Évolution Microstructurale :

L'analyse microstructurale a révélé que chaque technique SPD induit des structures de grains et des densités de dislocations considérables ($\rho = 7,0 \cdot 10^{15}$ après 20 tours d'HPT, $2,6 \cdot 10^{15}$ après 5 cycles d'ARB et $4,5 \cdot 10^{14}$ après 2 cycles de CGP), ayant un impact différent sur le comportement mécanique de l'alliage.

Les traitements de recuit ultérieurs jouent un rôle essentiel dans l'ajustement de la microstructure, offrant des opportunités d'optimiser à la fois les propriétés mécaniques et magnétiques.

3. Propriétés Magnétiques :

Nos investigations sur le comportement magnétique du Mumetal après SPD ont démontré des relations complexes entre la taille de grains, la dureté et la coercivité magnétique.

La corrélation établie par Herzer entre la taille de grains et la coercivité a été examinée sur une large plage de taille de grains (de $30 \text{ }\mu\text{m}$ à 200 nm) dans un alliage doux entièrement cristallisé. Les résultats montrent que dans les cas de raffinement des grains par déformation plastique, il

est difficile de distinguer l'effet de la taille de grains sur le comportement magnétique des autres facteurs tels que la densité de dislocations. Cependant, la variation de la coercivité avec la taille moyenne de grains, telle que déterminée par EBSD, présente une tendance non linéaire avec une inflexion autour de $D \sim 3 \mu\text{m}$, correspondant à la longueur d'échange magnétique de l'alliage.

De manière curieuse, après recuit à des températures allant de 550°C à 850°C pour des échantillons déformés via ARB et HPT, la coercivité s'est avérée être constamment faible et relativement stable, malgré des fluctuations dans le temps et la température de recuit. L'évolution de la coercivité avec la température de recuit dans l'échantillon ARB à 5 cycles a révélé une diminution progressive jusqu'à 450°C, où elle a chuté brusquement à une valeur minimale. Cette température correspond au point de Curie de l'alliage, suggérant une altération significative des structures des domaines magnétiques et/ou des parois de domaines qui influencent leurs mécanismes d'interaction avec divers défauts et sites de piégeage dans la microstructure. Ce phénomène nécessite une investigation plus approfondie pour une compréhension exhaustive.

Perspectives

Bien que notre étude ait conduit à des avancées significatives dans la compréhension du comportement du Mumetal sous déformation plastique sévère et recuit subséquent, de nouvelles voies de recherche restent ouvertes.

Les futures investigations pourraient se pencher sur les implications de la composition de l'alliage, de la température de traitement et des taux de déformation sur les propriétés du matériau, élargissant ainsi notre base de connaissances.

Les résultats obtenus révèlent une relation complexe entre les paramètres microstructuraux et la coercivité magnétique. Cette thèse remet en question la dépendance établie de la coercivité magnétique vis-à-vis de la taille de grains (exprimée sous la forme de $1/D$), du moins dans le contexte de l'alliage Mumetal soumis à une déformation plastique sévère. Cette remise en question découle du fait qu'il est difficile, dans ce cas spécifique, d'isoler les effets individuels de chaque paramètre (dislocations, joints de grains, LAGBs, HAGBs, ...) les uns des autres.

Par conséquent, pour obtenir une compréhension plus complète, une investigation plus approfondie et précise est nécessaire. Cela inclut la réalisation d'observations en microscopie électronique en transmission (MET) pour analyser la taille de cellules de dislocations et le développement des dislocations tout au long des processus de déformation plastique sévère et de recuit. De plus, l'analyse par diffraction des neutrons, ou bien par diffraction DRX en utilisant des autres méthodes de calcul des dislocations comme la méthode Williamson-Hall modifiée [163] ou bien la méthode Rietveld [164] pourrait être essentielle pour quantifier avec précision la véritable densité de dislocations, englobant à la fois les GNDs et les SSDs.

En ce qui concerne le comportement magnétique de cet alliage particulier, il est essentiel d'utiliser la Microscopie à Force Magnétique (MFM) pour observer directement comment les parois des domaines magnétiques se comportent après une déformation plastique sévère et un recuit ultérieur. Cette approche permettra d'étudier la taille des domaines magnétiques et leur interaction avec différents types de défauts à l'intérieur de la microstructure.

Les perspectives évoquées ont le potentiel de produire des résultats fascinants et révolutionnaires dans le domaine des matériaux magnétiques doux. Elles promettent de fournir une compréhension plus profonde des mécanismes régissant le mouvement des parois de domaines dans les matériaux polycristallins. En conclusion, notre recherche contribue à l'ensemble croissant de connaissances entourant la manipulation des matériaux magnétiques

doux par la déformation plastique sévère. Nous avons découvert des informations précieuses sur l'interaction complexe entre la microstructure, la dureté et le comportement magnétique, offrant des perspectives prometteuses pour des applications sur mesure dans des industries allant de l'énergie à l'électronique. Alors que nous nous trouvons à la croisée des sciences des matériaux et de l'ingénierie, la quête de propriétés matérielles optimales se poursuit, et cette étude représente une avancée significative dans ce voyage.

Cette thèse sert non seulement à présenter nos travaux, mais aussi à inviter les futurs chercheurs à explorer davantage le monde des matériaux magnétiques doux. Grâce à la collaboration, à l'innovation et à la recherche continue, nous pouvons libérer le potentiel de ces matériaux.

Références

1. Ouyang G, Chen X, Liang Y, et al (2019) Review of Fe-6.5 wt%Si high silicon steel—A promising soft magnetic material for sub-kHz application. *J Magn Magn Mater* 481:234–250. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.02.089>
2. Cullity BD, Graham CD (2009) *Introduction to magnetic materials*, 2nd ed. IEEE/Wiley, Hoboken, N.J
3. Chang SK, Huang WY (2005) Texture Effect on Magnetic Properties by Alloying Specific Elements in Non-grain Oriented Silicon Steels. *ISIJ Int* 45:918–922. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.45.918>
4. Ghosh P, Chromik RR, Vaseghi B, Knight AM (2014) Effect of crystallographic texture on the bulk magnetic properties of non-oriented electrical steels. *J Magn Magn Mater* 365:14–22. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.04.051>
5. Krajewski M, Brzozka K, Tokarczyk M, et al (2018) Impact of thermal oxidation on chemical composition and magnetic properties of iron nanoparticles. *J Magn Magn Mater* 458:346–354. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.03.047>
6. Shaikh PA, Kambale RC, Rao AV, Kolekar YD (2010) Effect of Ni doping on structural and magnetic properties of $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Fe}_{1.9}\text{Mn}_{0.1}\text{O}_4$. *J Magn Magn Mater* 322:718–726. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.10.048>
7. Herzer G (1990) Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets. *IEEE Trans Magn* 26:1397–1402. <https://doi.org/10.1109/20.104389>
8. Langdon TG (2007) The processing of ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation. *J Mater Sci* 42:3388–3397
9. Faraji G, Kim HS, Kashi HT (2018) *Severe plastic deformation: methods, processing and properties*. Elsevier
10. Figueiredo RB, Langdon TG (2010) Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP. *J Mater Sci* 45:4827–4836
11. Valiev RZ, Islamgaliev RK, Alexandrov IV (2000) Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Prog Mater Sci* 45:103–189
12. Valiev RZ, Langdon TG (2006) Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Prog Mater Sci* 51:881–981. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>
13. Xu C, Xia K, Langdon TG (2007) The role of back pressure in the processing of pure aluminum by equal-channel angular pressing. *Acta Mater* 55:2351–2360
14. Zehetbauer MJ, Stüwe H-P, Vorhauer A, et al (2003) The role of hydrostatic pressure in severe plastic deformation. *Adv Eng Mater* 5:330–337
15. Gleiter H (2000) Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. *Acta Mater* 48:1–29

16. Valiev R (2004) Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nat Mater* 3:511–516
17. Raj KH, Sharma RS, Singh P, Dayal A (2011) Study of friction stir processing (FSP) and high pressure torsion (HPT) and their effect on mechanical properties. *Procedia Eng* 10:2904–2910
18. Valiev RZ, Estrin Y, Horita Z, et al (2006) Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *Jom* 58:33–39
19. Bridgman PW (1935) Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure. *Phys Rev* 48:825
20. Saito Y, Tsuji N, Utsunomiya H, et al (1998) Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scr Mater* 39:1221–1227. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(98\)00302-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00302-9)
21. Shin DH, Park J-J, Kim Y-S, Park K-T (2002) Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum. *Mater Sci Eng A* 328:98–103
22. Saito Y, Utsunomiya H, Tsuji N, Sakai T (1999) Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Mater* 47:579–583. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00365-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00365-6)
23. Tsuji N, Saito Y, Utsunomiya H, Tanigawa S (1999) Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scr Mater* 40:795–800
24. Kamikawa N, Sakai T, Tsuji N (2007) Effect of redundant shear strain on microstructure and texture evolution during accumulative roll-bonding in ultralow carbon IF steel. *Acta Mater* 55:5873–5888
25. Zhilyaev AP, Langdon TG (2008) Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Prog Mater Sci* 53:893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
26. Wang Z-R, Si P-Z, Park J, et al (2022) A Review of Ultrafine-Grained Magnetic Materials Prepared by Using High-Pressure Torsion Method. *Materials* 15:2129. <https://doi.org/10.3390/ma15062129>
27. Edalati K, Horita Z (2016) A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988. *Mater Sci Eng A* 652:325–352
28. Edalati K, Uehiro R, Fujiwara K, et al (2017) Ultra-severe plastic deformation: Evolution of microstructure, phase transformation and hardness in immiscible magnesium-based systems. *Mater Sci Eng A* 701:158–166
29. Blank VD, Popov MY, Kulnitskiy BA (2019) The effect of severe plastic deformations on phase transitions and structure of solids. *Mater Trans* 60:1500–1505
30. Renk O, Pippan R (2019) Saturation of grain refinement during severe plastic deformation of single phase materials: reconsiderations, current status and open questions. *Mater Trans* 60:1270–1282
31. Tsuji N, Gholizadeh R, Ueji R, et al (2019) Formation mechanism of ultrafine grained microstructures: various possibilities for fabricating bulk nanostructured metals and alloys. *Mater Trans* 60:1518–1532

32. Gubicza J (2019) Lattice defects and their influence on the mechanical properties of bulk materials processed by severe plastic deformation. *Mater Trans* 60:1230–1242
33. Setman D, Schafler E, Korznikova E, Zehetbauer MJ (2008) The presence and nature of vacancy type defects in nanometals detained by severe plastic deformation. *Mater Sci Eng A* 493:116–122
34. Sauvage X, Enikeev N, Valiev R, et al (2014) Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy. *Acta Mater* 72:125–136
35. Azzeddine H, Bradai D, Baudin T, Langdon TG (2022) Texture evolution in high-pressure torsion processing. *Prog Mater Sci* 125:100886. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100886>
36. Tóth LS, Massion RA, Germain L, et al (2004) Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field. *Acta Mater* 52:1885–1898
37. Humphreys FJ, Hatherly M (1995) Recrystallization and related annealing phenomena, Sect. 9.25. Pergamon/Elsevier, Oxford
38. Tsuji N, Kamikawa N, Li BL (2007) Grain size saturation during severe plastic deformation. In: *Materials science forum*. Trans Tech Publ, pp 2837–2842
39. Hansen N, Mehl RF, Medalist A (2001) New discoveries in deformed metals. *Metall Mater Trans A* 32:2917–2935
40. Hansen N, Jensen DJ (1999) Development of microstructure in FCC metals during cold work. *Philos Trans R Soc Lond Ser Math Phys Eng Sci* 357:1447–1469
41. Tian YZ, Ren YP, Gao S, et al (2020) Two-stage Hall-Petch relationship in Cu with recrystallized structure. *J Mater Sci Technol* 48:31–35
42. Tian YZ, Gao S, Zhao LJ, et al (2018) Remarkable transitions of yield behavior and Lüders deformation in pure Cu by changing grain sizes. *Scr Mater* 142:88–91
43. Zheng R, Du J-P, Gao S, et al (2020) Transition of dominant deformation mode in bulk polycrystalline pure Mg by ultra-grain refinement down to sub-micrometer. *Acta Mater* 198:35–46
44. Terada D, Inoue M, Kitahara H, Tsuji N (2008) Change in mechanical properties and microstructure of ARB processed Ti during annealing. *Mater Trans* 49:41–46
45. Bai Y, Kitamura H, Gao S, et al (2021) Unique transition of yielding mechanism and unexpected activation of deformation twinning in ultrafine grained Fe-31Mn-3Al-3Si alloy. *Sci Rep* 11:1–15
46. Bai Y, Tian Y, Gao S, et al (2017) Hydrogen embrittlement behaviors of ultrafine-grained 22Mn–0.6 C austenitic twinning induced plasticity steel. *J Mater Res* 32:4592–4604
47. Saha R, Ueji R, Tsuji N (2013) Fully recrystallized nanostructure fabricated without severe plastic deformation in high-Mn austenitic steel. *Scr Mater* 68:813–816

48. Tian YZ, Zhao LJ, Chen S, et al (2015) Significant contribution of stacking faults to the strain hardening behavior of Cu-15% Al alloy with different grain sizes. *Sci Rep* 5:16707
49. Zhang B, Chong Y, Zheng R, et al (2020) Enhanced mechanical properties in β -Ti alloy aged from recrystallized ultrafine β grains. *Mater Des* 195:109017
50. Yoshida S, Ikeuchi T, Bhattacharjee T, et al (2019) Effect of elemental combination on friction stress and Hall-Petch relationship in face-centered cubic high/medium entropy alloys. *Acta Mater* 171:201–215
51. Yoshida S, Bhattacharjee T, Bai Y, Tsuji N (2017) Friction stress and Hall-Petch relationship in CoCrNi equi-atomic medium entropy alloy processed by severe plastic deformation and subsequent annealing. *Scr Mater* 134:33–36
52. Tsuji N (2008) Formation mechanisms of ultrafine grained structures in severe plastic deformation of metallic materials. *J Iron Steel Inst Jpn* 94:582–589
53. Tsuji N, Ogata S, Inui H, et al (2020) Strategy for managing both high strength and large ductility in structural materials—sequential nucleation of different deformation modes based on a concept of plaston. *Scr Mater* 181:35–42
54. Chang J-Y, Kim G-H, Moon I-G (2001) X-ray diffraction analysis of pure aluminum in the cyclic equal channel angular pressing. *Scr Mater* 44:331–336
55. Ungár T, Gubicza J, Hanák P, Alexandrov I (2001) Densities and character of dislocations and size-distribution of subgrains in deformed metals by X-ray diffraction profile analysis. *Mater Sci Eng A* 319:274–278
56. Zhang K, Alexandrov IV, Lu K (1997) The X-ray diffraction study on a nanocrystalline Cu processed by equal-channel angular pressing. *Nanostructured Mater* 9:347–350
57. Jesser WA, Kuhlmann-Wilsdorf D (1972) The flow stress and dislocation structure of nickel deformed at very high pressure. *Mater Sci Eng* 9:111–117
58. Gubicza J (2014) X-ray line profile analysis in materials science. IGI Global
59. Dalla Torre F, Lapovok R, Sandlin J, et al (2004) Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes. *Acta Mater* 52:4819–4832
60. Hegedűs Z, Gubicza J, Kawasaki M, et al (2013) High temperature thermal stability of ultrafine-grained silver processed by equal-channel angular pressing. *J Mater Sci* 48:1675–1684
61. Schafner E, Steiner G, Korznikova E, et al (2005) Lattice defect investigation of ECAP-Cu by means of X-ray line profile analysis, calorimetry and electrical resistometry. *Mater Sci Eng A* 410:169–173
62. Gubicza J (2017) Defect structure and properties of nanomaterials. Woodhead Publishing
63. Kawasaki M, Horita Z, Langdon TG (2009) Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP. *Mater Sci Eng A* 524:143–150

64. Xu C, Horita Z, Langdon TG (2011) Microstructural evolution in an aluminum solid solution alloy processed by ECAP. *Mater Sci Eng A* 528:6059–6065
65. Čížek J, Janeček M, Srba O, et al (2011) Evolution of defects in copper deformed by high-pressure torsion. *Acta Mater* 59:2322–2329
66. Gubicza J, Pereira PHR, Kapoor G, et al (2018) Annealing-Induced Hardening in Ultrafine-Grained Ni–Mo Alloys. *Adv Eng Mater* 20:1800184
67. Tao J, Chen G, Jian W, et al (2015) Anneal hardening of a nanostructured Cu–Al alloy processed by high-pressure torsion and rolling. *Mater Sci Eng A* 628:207–215
68. Kittel C (2005) *Introduction to solid state physics*. John Wiley & sons, inc
69. Kneller E (1969) In AE Berkowitz and E. Kneller, (Eds.), *Magnetism and Metallurgy*, Vol. 1. Academic Press, New York
70. Stanciu CD (2017) *Matériaux magnétiques doux Fe-Si de hautes performances obtenus par mécanosynthèse*. Université Grenoble Alpes; Universitatea tehnică (Cluj-Napoca, Roumanie)
71. Kong LB, Liu L, Yang Z, et al (2018) 15 - Theory of ferrimagnetism and ferrimagnetic metal oxides. In: Stojanovic BD (ed) *Magnetic, Ferroelectric, and Multiferroic Metal Oxides*. Elsevier, pp 287–311
72. Popa F (2008) *Elaboration et étude de poudres magnétiques douces (Ni-Fe, Ni-Fe-X, Ni-Fe-XY) à l'état nanocristallin par broyage mécanique de haute énergie*. Université Joseph-Fourier-Grenoble I
73. Bogdan Viorel Neamțu (2010) *MATÉRIAUX COMPACTS MAGNÉTIQUES DOUX OBTENUS À L'ÉTAT NANOCRISTALLIN À PARTIR DE POUDRES D'ALLIAGES Ni-Fe-X ISSUES DE MÉCANOSYNTHÈSE*
74. Mehboob N (2012) *Hysteresis properties of soft magnetic materials*. na
75. Herzer G (2013) Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials. *Acta Mater* 61:718–734. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.040>
76. Waeckerlé T, Demier A, Godard F, Fraisse H (2020) Evolution and recent developments of 80%Ni permalloys. *J Magn Magn Mater* 505:166635. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.166635>
77. PERMIMPHY is a 80% Nickel soft magnetic alloy. In: aperam. <https://www.aperam.com/product/permimphy-80-nickel/>. Accessed 3 Apr 2023
78. Han L, Maccari F, Souza Filho IR, et al (2022) A mechanically strong and ductile soft magnet with extremely low coercivity. *Nature* 608:310–316. <https://doi.org/10.1038/s41586-022-04935-3>
79. Nabi B, Helbert A-L, Brisset F, et al (2013) Effect of recrystallization and degree of order on the magnetic and mechanical properties of soft magnetic FeCo–2V alloy. *Mater Sci Eng A* 578:215–221. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.04.066>
80. Nabi B, Helbert A-L, Brisset F, et al (2014) Effect of long range order on mechanical properties of partially recrystallized Fe₄₉Co–2V alloy. *Mater Sci Eng A* 592:70–76. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.093>

81. Alben R, Becker JJ, Chi MC (1978) Random anisotropy in amorphous ferromagnets. *J Appl Phys* 49:1653–1658. <https://doi.org/10.1063/1.324881>
82. Sarkar D, Segnan R, Cornell EK, et al (1974) Crystal field in amorphous rare-earth-iron alloys. *Phys Rev Lett* 32:542
83. Herzer G (1989) Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets. *IEEE Trans Magn* 25:3327–3329. <https://doi.org/10.1109/20.42292>
84. Herzer G (2005) The Random Anisotropy Model. In: Idzikowski B, Švec P, Miglierini M (eds) *Properties and Applications of Nanocrystalline Alloys from Amorphous Precursors*. Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg, pp 15–34
85. Herzer G (1997) Chapter 3 Nanocrystalline soft magnetic alloys. In: *Handbook of Magnetic Materials*. Elsevier, pp 415–462
86. Sawa T, Takahashi Y (1990) Magnetic properties of FeCu (3d transition metals) SiB alloys with fine grain structure. *J Appl Phys* 67:5565–5567. <https://doi.org/10.1063/1.345886>
87. Suzuki K, Makino A, Inoue A, Masumoto T (1993) Low core losses of nanocrystalline Fe–M–B (M=Zr, Hf, or Nb) alloys. *J Appl Phys* 74:3316–3322. <https://doi.org/10.1063/1.354555>
88. Guo H-Q, Reiningner T, Kronmüller H, et al (1991) Magnetism and microstructure in nanocrystalline FeCoZr ferromagnets. *Phys Status Solidi A* 127:519–527. <https://doi.org/10.1002/pssa.2211270228>
89. Pfeifer F, Radeloff C (1980) Soft magnetic Ni-Fe and Co-Fe alloys - some physical and metallurgical aspects. *J Magn Magn Mater* 19:190–207. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(80\)90592-2](https://doi.org/10.1016/0304-8853(80)90592-2)
90. Arai KI, Tsutsumitake H, Ohmori K (1984) Grain growth of rapid quenching high silicon-iron alloys. *IEEE Trans Magn* 20:1463–1465. <https://doi.org/10.1109/TMAG.1984.1063487>
91. Khakwani S, Rentenberger C, Zehetbauer M, et al (2022) Bulk Nanocrystalline Soft Magnetic Fe-Si-X Alloys Achieved Through Severe Plastic Deformation
92. Suzuki K, Ito N, Garitaonandia JS, et al (2008) Local random magnetocrystalline and macroscopic induced anisotropies in magnetic nanostructures. *J Non-Cryst Solids* 354:5089–5092. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2008.06.118>
93. Figueiredo RB, Pereira PHR, Aguilar MTP, et al (2012) Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasi-constrained high-pressure torsion. *Acta Mater* 60:3190–3198. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.027>
94. Williamson GK, Hall WH (1953) X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metall* 1:22–31. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90006-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90006-6)
95. Roghani H, Borhani E, Shams SAA, et al (2022) Effect of concurrent accumulative roll bonding (ARB) process and various heat treatment on the microstructure, texture and mechanical properties of AA1050 sheets. *J Mater Res Technol* 18:1295–1306. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.001>

96. Dodrill B, Lindemuth JR (2021) Vibrating Sample Magnetometry. In: Franco V, Dodrill B (eds) *Magnetic Measurement Techniques for Materials Characterization*. Springer International Publishing, Cham, pp 15–37
97. Bate PS, Knutsen RD, Brough I, Humphreys FJ (2005) The characterization of low-angle boundaries by EBSD. *J Microsc* 220:36–46. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2005.01513.x>
98. Mousavi Anijdan SH, Jafarian HR, Park N (2018) The effect of severe plastic deformation and annealing conditions on mechanical properties and restoration phenomena in an ultrafine-grains Fe-28.5%Ni steel. *Philos Mag* 98:2457–2480. <https://doi.org/10.1080/14786435.2018.1490826>
99. Boudekhani S, Azzeddine H, Tirsatine K, et al (2018) Microstructure, Texture, and Mechanical Properties of Ni-W Alloy After Accumulative Roll Bonding. *J Mater Eng Perform* 27:5561–5570. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3628-8>
100. Tirsatine K, Azzeddine H, Baudin T, et al (2014) Texture and microstructure evolution of Fe–Ni alloy after accumulative roll bonding. *J Alloys Compd* 610:352–360. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.04.173>
101. Takata N, Yamada K, Ikeda K, et al (2006) Annealing Behavior and Recrystallized Texture in ARB Processed Copper. *Mater Sci Forum* 503–504:919–924. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.919>
102. Pasebani S, Toroghinejad MR, Hosseini M, Szpunar J (2010) Textural evolution of nano-grained 70/30 brass produced by accumulative roll-bonding. *Mater Sci Eng A* 527:2050–2056. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.005>
103. Zaefferer S, Baudin T, Penelle R (2001) A study on the formation mechanisms of the cube recrystallization texture in cold rolled Fe–36%Ni alloys. *Acta Mater* 49:1105–1122. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00387-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00387-6)
104. Schramm RE, Reed RP (1976) Stacking fault energies of fcc Fe-Ni alloys by x-ray diffraction line profile analysis. *Metall Trans A* 7:359–363. <https://doi.org/10.1007/BF02642831>
105. Jamaati R, Toroghinejad MR (2014) Effect of alloy composition, stacking fault energy, second phase particles, initial thickness, and measurement position on deformation texture development of nanostructured FCC materials fabricated via accumulative roll bonding process. *Mater Sci Eng A* 598:77–97. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.01.020>
106. Humphreys J, Rohrer GS, Rollett A (2017) Continuous Recrystallization During and After Large Strain Deformation. In: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier, pp 509–526
107. Nagashima F, Nakagawa Y, Yoshino M (2020) Influence of Severe Plastic Deformation on Static Recrystallization Microstructure of Pure Iron. *Metals* 10:1320. <https://doi.org/10.3390/met10101320>
108. Hansen N, Mehl RF, Medalist A (2001) New discoveries in deformed metals. *Metall Mater Trans A* 32:2917–2935. <https://doi.org/10.1007/s11661-001-0167-x>

109. Valiev RZ, Ivanisenko YuV, Rauch EF, Baudelet B (1996) Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Mater* 44:4705–4712. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00156-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00156-5)
110. Wetscher F, Vorhauer A, Stock R, Pippan R (2004) Structural refinement of low alloyed steels during severe plastic deformation. *Mater Sci Eng A* 387–389:809–816. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.096>
111. Wetscher F, Pippan R, Sturm S, et al (2006) TEM investigations of the structural evolution in a pearlitic steel deformed by high-pressure torsion. *Metall Mater Trans A* 37:1963–1968. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0138-3>
112. Kawasaki M (2014) Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion. *J Mater Sci* 49:18–34. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7687-9>
113. Lee SW, Horita Z (2010) Annealing Behavior of FeNi Alloy Processed by High-Pressure Torsion. *Mater Sci Forum* 667–669:313–318. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.313>
114. Tirsatine K, Azzeddine H, Huang Y, et al (2018) An EBSD analysis of Fe-36%Ni alloy processed by HPT at ambient and a warm temperature. *J Alloys Compd* 753:46–53. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.04.194>
115. Bonnot E, Helbert A-L, Brisset F, Baudin T (2013) Microstructure and texture evolution during the ultra grain refinement of the Armco iron deformed by accumulative roll bonding (ARB). *Mater Sci Eng A* 561:60–66. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.017>
116. Khereddine AY, Hadj Larbi F, Azzeddine H, et al (2013) Microstructures and textures of a Cu–Ni–Si alloy processed by high-pressure torsion. *J Alloys Compd* 574:361–367. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.05.051>
117. Lanjewar H, Naghdy S, Vercruysse F, et al (2019) Severe plastically deformed commercially pure aluminum: Substructure, micro-texture and associated mechanical response during uniaxial tension. *Mater Sci Eng A* 764:138195. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138195>
118. Liu Y, Lu C, Wang H, et al (2020) Microstructure evolution, lattice rotation retardation and grain orientation fragmentation in commercial purity aluminium deformed by high pressure torsion. *J Mater Res Technol* 9:6642–6654. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.04.056>
119. Naghdy S, Kestens L, Hertelé S, Verleysen P (2016) Evolution of microstructure and texture in commercial pure aluminum subjected to high pressure torsion processing. *Mater Charact* 120:285–294. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.09.012>
120. Orlov D, Bhattacharjee PP, Todaka Y, et al (2009) Texture evolution in pure aluminum subjected to monotonous and reversal straining in high-pressure torsion. *Scr Mater* 60:893–896. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.02.004>
121. Dillamore IL, Smallman RE, Roberts WT (1964) A determination of the stacking-fault energy of some pure FCC metals. *Philos Mag* 9:517–526

122. Kim BK, Szpunar JA, Zhilyaev AP (2002) Annealing texture in thermal stability of ultrafine-grained Ni. In: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications Ltd., Zurich-Uetikon, Switzerland, pp 943–948
123. Zhilyaev AP, Baró MD, Langdon TG, McNelley TR (2004) An examination of microtexture and microstructure in ultrafine-grained nickel. *Rev Adv Mater Sci* 7:41–49
124. Zhilyaev AP, Langdon TG (2008) Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Prog Mater Sci* 53:893–979. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
125. Ivanisenko Y, Skrotzki W, Chulist R, et al (2010) Information on deformation mechanisms in nanocrystalline Pd–10% Au inferred from texture analysis. *J Mater Sci* 45:4571–4577
126. Skrotzki W, Eschke A, Jóni B, et al (2013) New experimental insight into the mechanisms of nanoplasticity. *Acta Mater* 61:7271–7284
127. Enikeev NA, Schafler E, Zehetbauer M, et al (2008) Observations of Texture in Large Scale HPT-Processed Cu. *Mater Sci Forum* 584–586:367–374. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.584-586.367>
128. Liu SF, Wu Y, Wang HT, et al (2018) Stacking fault energy of face-centered-cubic high entropy alloys. *Intermetallics* 93:269–273. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2017.10.004>
129. Hughes DA, Lebensohn RA, Wenk HR, Kumar A (2000) Stacking fault energy and microstructure effects on torsion texture evolution. *Proc R Soc Lond Ser Math Phys Eng Sci* 456:921–953
130. Xu C, Horita Z, Langdon TG (2007) The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion. *Acta Mater* 55:203–212
131. Sakai T, Belyakov A, Kaibyshev R, et al (2014) Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Prog Mater Sci* 60:130–207. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>
132. Peng K, Zhang Y, Shaw LL, Qian K-W (2009) Microstructure dependence of a Cu–38Zn alloy on processing conditions of constrained groove pressing. *Acta Mater* 57:5543–5553. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.049>
133. Humphreys FJ, Hatherly M (2012) *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier
134. Duan JQ, Quadir MZ, Ferry M (2016) Microstructure and Texture Evolution in Nickel during Accumulative Roll Bonding. *Mater Sci Forum* 879:454–458. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.454>
135. Mishin OV, Zhang YB, Godfrey A (2017) The influence of multiscale heterogeneity on recrystallization in nickel processed by accumulative roll bonding. *J Mater Sci* 52:2730–2745. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0566-4>
136. Zhilyaev AP, Kim B-K, Szpunar JA, et al (2005) The microstructural characteristics of ultrafine-grained nickel. *Mater Sci Eng A* 391:377–389

137. Gupta AK, Maddukuri TS, Singh SK (2016) Constrained groove pressing for sheet metal processing. *Prog Mater Sci* 84:403–462. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.09.008>
138. Aghadavoudi Jolfaei M, Liu J, Zhou LF, et al (2023) Non-destructive evaluation of magnetic anisotropy associated with crystallographic texture of interstitial free steels. *J Magn Magn Mater* 568:170374. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2023.170374>
139. Castro M, Baltazar SE, Rojas-Nunez J, et al (2022) Enhancing the magnetic response on polycrystalline nanoframes through mechanical deformation. *Sci Rep* 12:5965. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-09647-2>
140. Kustas AB, Susan DF, Monson T (2022) Emerging Opportunities in Manufacturing Bulk Soft-Magnetic Alloys for Energy Applications: A Review. *JOM* 74:1306–1328. <https://doi.org/10.1007/s11837-021-05019-9>
141. Kustas AB, Michael JR, Susan DF, et al (2018) Equal channel angular extrusion for bulk processing of Fe–Co–2V soft magnetic alloys, part II: Texture analysis and magnetic properties. *J Mater Res* 33:2176–2188. <https://doi.org/10.1557/jmr.2018.150>
142. Li C, Ruan H, Chen D, et al (2018) Effect of heat treatment on the microstructure and properties of Ni based soft magnetic alloy. *Microsc Res Tech* 81:796–802. <https://doi.org/10.1002/jemt.23038>
143. Si PZ, Lim JT, Park J, et al (2020) High Coercivity in MnAl Disc Prepared by Severe Plastic Deformation. *Phys Status Solidi B* 257:1900356. <https://doi.org/10.1002/pssb.201900356>
144. Si P-Z, Choi C-J, Park J, et al (2020) Phase transformation and enhanced coercivity in B-N-doped MnAl nanocrystalline bulk alloys prepared by high pressure torsion. *AIP Adv* 10:015320. <https://doi.org/10.1063/1.5130064>
145. Susan DF, Kustas AB, Kellogg RA, et al (2021) The Effects of Annealing After Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) on Mechanical and Magnetic Properties of 49Fe-49Co-2V Alloy. *Metall Mater Trans A* 52:4090–4099. <https://doi.org/10.1007/s11661-021-06366-7>
146. Vorhauer A, Rumpf K, Granitzer P, et al (2006) Magnetic Properties and Microstructure of a FeCo Ferritic Steel after Severe Plastic Deformation. *Mater Sci Forum* 503–504:299–304. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.299>
147. Xiang Z, Sun Q, Wang S (2022) Effect of dislocation pattern on the magnetic domain structure of pure polycrystalline Ni. *J Mater Res Technol* 17:1896–1900. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.107>
148. Zehetbauer M, Grössinger R, Krenn H, et al (2010) Bulk Nanostructured Functional Materials By Severe Plastic Deformation. *Adv Eng Mater* 12:692–700. <https://doi.org/10.1002/adem.201000119>
149. Zhao P, Feng L, Nielsch K, Woodcock TG (2021) Microstructural defects in hot deformed and as-transformed τ -MnAl-C. *J Alloys Compd* 852:156998. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156998>
150. Glezer AM, Muradimova LF, Borisova PA, et al (2021) EXAFS-spectroscopy and thermal neutron diffraction study of the effect of deformation by high pressure torsion

- on the atomic ordering and magnetic properties of the FeCo alloy. *J Alloys Compd* 866:159021. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159021>
151. Glezer AM, Muradimova LF, Shirshikov SO, et al (2019) Effect of Large Plastic Deformations in a Bridgman Chamber on the Structure and Properties of FeCo–V Alloys. *Bull Russ Acad Sci Phys* 83:1250–1260. <https://doi.org/10.3103/S1062873819100083>
 152. Hosokawa A, Ohtsuka H, Li T, et al (2014) Microstructure and Magnetic Properties in Nanostructured Fe and Fe-Based Intermetallics Produced by High-Pressure Torsion. *Mater Trans* 55:1286–1291. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2014119>
 153. Paul A, Liu X, Kawasaki M, Liss K-D (2023) Inverted magnetic response in severe plastically deformed nanostructured high-entropy alloy. *Appl Phys Lett* 122:052402. <https://doi.org/10.1063/5.0138040>
 154. Wang Y, Xu J, Liu Y, Liu Z (2022) Microstructure evolution, magnetic properties and frequency characteristics of Si-rich FeSiBCuNb soft magnetic alloy induced by annealing treatment. *Mater Charact* 187:111830. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111830>
 155. Lo CCH, Kinser E, Jiles DC (2003) Modeling the interrelating effects of plastic deformation and stress on magnetic properties of materials. *J Appl Phys* 93:6626–6628. <https://doi.org/10.1063/1.1557356>
 156. Tryputen L, Guo F, Liu F, et al (2015) Magnetic structure and anisotropy of [Co/Pd]₅/NiFe multilayers. *Phys Rev B*
 157. Ermolaeva OL, Gusev NS, Skorohodov EV, et al (2017) Magnetic Force Microscopy of Nanostructured Co/Pt Multilayer Films with Perpendicular Magnetization. *Materials* 10:1034. <https://doi.org/10.3390/ma10091034>
 158. Mudivarthi C, Na S-M, Schaefer R, et al (2010) Magnetic domain observations in Fe–Ga alloys. *J Magn Magn Mater* 322:2023–2026. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2010.01.027>
 159. Guo T, Ma Z, Luo X, et al (2021) Multiple domain structure and symmetry types in narrow temperature and magnetic field ranges in layered Cr₂Ge₂Te₆ crystal measured by magnetic force microscope. *Mater Charact* 173:110913. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.110913>
 160. Hartmann U (1999) Magnetic Force Microscopy. *Annu Rev Mater Sci* 29:53–87. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.29.1.53>
 161. Yamaoka T, Tsujikawa H, Hasumura S, et al (2014) Vacuum Magnetic Force Microscopy at High Temperatures: Observation of Permanent Magnets. *Microsc Today* 22:12–17. <https://doi.org/10.1017/S1551929514001163>
 162. Ungár T, Balogh L, Ribárik G (2010) Defect-Related Physical-Profile-Based X-Ray and Neutron Line Profile Analysis. *Metall Mater Trans A* 41:1202–1209. <https://doi.org/10.1007/s11661-009-9961-7>
 163. Himabindu B, Latha Devi NSMP, Rajini Kanth B (2021) Microstructural parameters from X-ray peak profile analysis by Williamson-Hall models; A review. *Mater Today Proc* 47:4891–4896. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.256>

164. McCusker LB, Von Dreele RB, Cox DE, et al (1999) Rietveld refinement guidelines. *J Appl Crystallogr* 32:36–50. <https://doi.org/10.1107/S0021889898009856>