

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ SCIENTIFIQUE ET MÉDICALE DE GRENOBLE

et à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR INGÉNIEUR

PAR

Georges COUDERCHON

TITRE

CONTRIBUTION A L'AMÉLIORATION DES PROPRIÉTÉS
MAGNETIQUES DES ACIERS TEXTURÉS

Soutenue le 11 janvier 1973 devant la Commission d'Examen

M. L. NÉEL

Président

MM. A. VIGNES

E. BONNIER

P. BRISSONNEAU

} Examinateurs

- A ma soeur Paulette
témoignage de reconnaissance
et d'affection

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques Pures
	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrometallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSENEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DESRE Pierre	Métallurgie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale
	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphillographie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique

MM.	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
Mme	KOFLER Lucie	Botanique et Physiologie végétale
MM.	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVTCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LOUP Jean	Géographie
Mlle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MASSEPORT Jean	Géographie
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	PILLET Emile	Physique Industrielle
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique Industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLAND François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique Nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
Mme	VEYRET Germaine	Géographie
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM.	BULLEMER Bernhard	Physique
	HANO JUN-ICHI	Mathématiques Pures
	STEPHENS Michaël	Mathématiques Appliquées

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM.	BEAUDOING André	Pédiatrie
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
	BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
Mme	BONNIER Jane	Chimie générale
MM.	CARLIER Georges	Biologie végétale
	COHEN Joseph	Electrotechnique
	COUMES André	Radioélectricité
	DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GERMAIN Jean Pierre	Mécanique
	GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
	GLENAT René	Chimie organique
	HACQUES Gérard	Calcul numérique
	JANIN Bernard	Géographie
Mme	KAHANE Josette	Physique
MM.	MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
	PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
	POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
	REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
	REVOL Michel	Urologie
	REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
	ROBERT André	Chimie papetière
	DE ROUGEMONT Jacques	Neurochirurgie
	SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
	SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
	SIBILLE Robert	Construction Mécanique
	SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme	SOUTIF Jeanne	Physique générale

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mie	AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
	ALARY Josette	Chimie analytique
MM.	AMBLARD Pierre	Dermatologie
	AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
	ARMAND Yves	Chimie
	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BELORIZKY Elie	Physique
	BENZAKEN Claude	Mathématiques Appliquées
	BILLET Jean	Géographie
	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides

MM.	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBAZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	COULOMB Max	Radiologie
	CROUZET Guy	Radiologie
	DURAND Francis	Métallurgie
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	GENSAC Pierre	Botanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IDELMAN Simon	Physiologie animale
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOLY Jean-René	Mathématiques Pures
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	JULLIEN Pierre	Mathématiques Pures
	KAHANE André	Physique générale
	KUHN Gérard	Physique
	LACOME Jean-Louis	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LONGEQUEUE Jean-Pierre	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARECHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BCUYER Michel	Chimie (CUS)
	MAYNARD Roger	Physique du Solide
	MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
	MICOUD Max	Maladies infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PFISTER Jean-Claude	Physique du Solide
	PHELIP Xavier	Rhumatologie
Mlle	PIERY Yvette	Biologie animale

MM.	RACHAIL Michel	Médecine interne
	RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
	RENAUD Maurice	Chimie
	RICHARD Lucien	Botanique
Mme	RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM.	ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
	SHOM Jean Claude	Chimie Générale
	STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
	STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
	VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques Appliquées
	VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
	VIALON Pierre	Géologie
	VOOG Robert	Médecine interne
	VROUSSOS Constantin	Radiologie
	ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM.	BOUDOURIS Georges	Radioélectricité
	CHEEKE John	Thermodynamique
	GOLDSCHMIDT Hubert	Mathématiques
	SIDNEY STUARD	Mathématiques Pures
	YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme	BERIEL Hélène	Physiologie
Mme	RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Fait le 30 Mai 1972

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au Laboratoire de Magnétisme du C.N.R.S. que dirige Monsieur le Professeur NEEL, Membre de l'Institut, Prix Nobel de Physique.

Il s'inspire d'une partie des études réalisées par la Société CREUSOT-LOIRE dans sa collaboration avec l'Université de Grenoble.

Je remercie la Société CREUSOT-LOIRE d'une part de m'avoir permis de compléter ma formation dans un grand centre universitaire, d'autre part de m'autoriser à présenter les résultats de ce travail.

Je prie Monsieur le Professeur NEEL qui m'a accueilli dans son laboratoire et m'a fait bénéficier des bonnes traditions de sa maison de bien vouloir accepter l'expression de ma profonde et respectueuse gratitude.

Monsieur le Doyen BONNIER m'a permis de me recycler dans les séminaires qu'il organisait. Je suis très sensible à sa présence dans ce jury et je l'en remercie.

Monsieur le Professeur VIGNES, Directeur du Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris a bien voulu s'intéresser à mon travail ; qu'il soit assuré de ma sincère reconnaissance.

Je voudrais remercier tout spécialement Monsieur le Professeur BRISSONNEAU, Directeur du Laboratoire des Essais Electriques de l'I.N.P.G. qui a orienté et guidé mon travail dès le début et m'a récemment accueilli dans son laboratoire. Son enthousiasme pour les applications du magnétisme m'a été souvent un réconfort et j'ai toujours trouvé auprès de lui accueil bienveillant, encouragements, critiques et conseils.

Monsieur DEMEAUX, Chef du Groupe Métallurgique de l'usine de Saint-Chely d'Apcher, m'a toujours encouragé et soutenu dans mon travail, qu'il me permette de lui exprimer toute ma reconnaissance.

Je tiens à remercier aussi mes camarades de laboratoire et mes collègues des Centres de Recherche CREUSOT-LOIRE que j'ai souvent mis à contribution. Il m'est impossible d'en dresser la liste et je les prie de m'en excuser. Je dois cependant mentionner en particulier Messieurs MEALLIER du Groupe Métallurgique de Saint-Chely d'Apcher, MARMEGGI du laboratoire des R.X de Grenoble, POYET du Centre de Recherche CREUSOT-LOIRE à Unieux, MOREL du laboratoire d'Essais Electriques de Grenoble et SCHLENKER du laboratoire de Magnétisme.

Il me faut aussi et c'est une tâche bien agréable remercier Messieurs J.M BERNARDO et J. Cl PERRIER qui m'ont successivement assisté au laboratoire avec une grande compétence et beaucoup de dévouement.

Mme M. PERRIER et Mr J.Cl PERRIER ont apporté tout leur soin à la réalisation matérielle de ce mémoire, je les en remercie bien sincèrement.

S O M M A I R E

=====

Une table des matières détaillée se trouve en fin de volume.

INTRODUCTION

=====

1

1ère Partie : RELATIONS ENTRE LA TEXTURE ET LES PROPRIETES MAGNETIQUES DANS LES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

Ch. I - Les aciers au silicium texturés	3
Ch.II - La configuration des domaines dans les aciers texturés et ses conséquences	12
Ch.III- Les aciers soumis à un champ alternatif : Les pertes	27

2ème Partie : PRINCIPES DE LA FABRICATION DES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

Ch. IV- Le choix des alliages	39
Ch. V - La texture	44

3ème Partie : L'ADDITION D'ELEMENTS D'ALLIAGES A UN FeSi A L'ETAT SOLIDE LES ACIERS GOSS FeSi + Al

Ch. VI- L'addition d'éléments d'alliage à l'état solide Ses conséquences	50
Ch.VII- Préparation et traitement des échantillons	57
ChVIII- Les mesures en courant alternatif : Pertes et magnétostriction apparente	60
Ch. IX- Etude expérimentale de l'addition d'aluminium à un FeSi en phase solide	68
Ch. X - Modification des caractéristiques électrotechniques des aciers Goss par enrichissement en aluminium	77
Ch. XI- Etude expérimentale de l'addition d'aluminium à un FeSi non recristallisé en phase solide	83

CONCLUSION

=====

91

Annexe A : Angles de désorientation dans les aciers texturés	92
Annexe B : Observation des domaines de Weiss	93
Bibliographie	94
Tables des matières	96

INTRODUCTION

La conversion de l'énergie mécanique en énergie électrique et son inverse constituent toujours l'une des préoccupations majeures des électriciens. Cependant, malgré son développement, l'électrotechnique n'a pas connu la révolution qu'a subie l'électronique dans la dernière décennie avec l'introduction des semi-conducteurs. Cette rénovation viendra peut-être avec les supraconducteurs mais en attendant il faut travailler avec de vieux matériaux : Le fer et le cuivre.

Le fer semble d'ailleurs avoir joué le rôle déterminant puisqu'il associe dans l'acier ferromagnétisme et résistance mécanique. Appréciait-on au début son ferromagnétisme plus que ses propriétés mécaniques ? Ce n'est pas certain. Il est hors de doute cependant que la mise au point du transformateur et de l'alternateur vers 1885 montra les qualités du fer dans les circuits magnétiques mais aussi ses deux défauts majeurs en régime alternatif : son hystérésis et sa bonne conductivité électrique, défauts qui conduisent l'un et l'autre à une perte d'énergie.

La solution au niveau de la construction fut presque immédiate ; on feuilleta les circuits. La production de matériaux à pertes plus faibles fut beaucoup plus hésitante. Les culasses de l'époque en acier étamé présentaient des pertes énormes et une stabilité magnétique déplorable.

Une première innovation intervint accidentellement un peu avant 1900 avec l'introduction de silicium dans l'acier. Hadfield avait par cette addition d'une part augmenté la résistivité de l'alliage, d'autre part modifié l'activité du carbone dans le fer le mettant ainsi sous une forme précipitée stable. Cette découverte arrivait à un moment favorable. Le ferrosilicium nécessaire à l'élaboration de l'acier pouvait être produit à bon marché par électrométallurgie et l'électrotechnique en pleine croissance stimulait la production.

Une deuxième innovation est apparue vers les années 1930 avec la mise en lumière de l'anisotropie magnétocristalline du fer. C'est à N.P. Goss que l'on attribue le mérite d'avoir réussi le premier en 1934 la fabrication de tôles d'acier à grains orientés en texture (110) [001] ; c'est-à-dire d'une plaque constituée de grains possédant tous une direction [001] de facile aimantation dans la direction de laminage. La mise au point industrielle fort délicate de ce produit ne devint effective que vers 1945.

Dans l'après guerre on assiste à une évolution très sensible dans la compréhension des aciers au silicium tant sur le plan de la métallurgie que dans leur comportement magnétique ; la métallurgie traditionnelle s'effaçant souvent devant la physique du métal. Les travaux des quinze dernières années portent surtout sur la mise au point de la texture cubique et sur l'amélioration de la texture Goss.

Malgré cet effort considérable pour développer les matériaux texturés il n'existe pratiquement pas, à notre connaissance, de modèle reliant la texture aux propriétés moyennes des aciers texturés.

Nous nous proposons dans une première partie de tenter cette description quantitative et de la comparer aux résultats expérimentaux connus.

Dans une deuxième partie très brève nous essaierons de dégager les principes de la fabrication des aciers au silicium texturés.

Enfin dans une dernière partie nous exposerons une méthode d'amélioration des pertes dans les aciers au silicium texturés et nous en étudierons les conséquences sur le couple $\text{FeSi} + \text{Al}$.

1ère PARTIE : RELATIONS ENTRE LA TEXTURE ET LES PROPRIETES MAGNETIQUES

DANS LES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

CHAPITRE I : LES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

I.1. RAPPEL

Un échantillon monocristallin de fer convenablement taillé s'aimante plus facilement dans les directions $\langle 001 \rangle$ que dans les autres directions cristallographiques. On dit que dans le fer les directions $\langle 001 \rangle$ sont des axes de facile aimantation, les directions $\langle 111 \rangle$ des axes de difficile aimantation. Les directions $\langle 110 \rangle$ se trouvent dans un état intermédiaire.

On imagine alors que si on donne des orientations voisines à chacun des grains d'un corps polycristallin on puisse obtenir dans certains cas, comme résultante, des propriétés anisotropes semblables à celles du monocristal lui-même. Les produits possédant ces qualités remarquables sont dits texturés.

La texture se définit en donnant la position des monocristaux élémentaires par rapport aux dimensions extérieures du solide qu'ils constituent. Pour les tôles on se réfère au plan de la tôle appelé plan de laminage et à la direction de laminage.

Le fer possède trois directions $\langle 001 \rangle$ de facile aimantation ce qui conduit à imaginer au moins deux textures intéressantes pour les bandes employées en électrotechnique :

- La texture cubique avec deux directions $[001]$ de facile aimantation dans le plan de laminage dont l'une est la direction de laminage. On la note $(100) [001]$
- La texture Goss avec seulement une direction $[001]$ dans le plan de la tôle suivant la direction de laminage. Le plan de la tôle est un plan (110) . Elle se note $(110) [001]$.

On a réussi depuis 25 ans à fabriquer des aciers en texture Goss presque parfaite alors que les aciers en texture cubique n'ont guère dépassé le seuil des laboratoires. Nous traiterons essentiellement dans cette partie des aciers au silicium en texture Goss et seulement à titre de comparaison des aciers en texture cubique. Nous développerons les aspects qui intéressent l'électrotechnique au détriment des propriétés fondamentales déjà bien connues.

I.2. DEFINITION ET MESURE DES TEXTURES

I.2.a. Définition

La description intuitive que nous avons donnée de la texture est mal adaptée à des études quantitatives ; on lui préfère une méthode plus complète empruntée à la minéralogie. On suppose (fig.1a) l'échantillon E placé au centre d'une sphère graduée en parallèles et méridiens. La normale à un plan cristallin perce la sphère en un point P : le pôle du plan. Les coordonnées du pôle sur la sphère définissent l'orientation du plan cristallin. Il est commode pour obtenir une représentation plane de faire une projection de l'hémisphère situé au-dessus du cristal sur le plan diamétral contenant la tôle. On obtient alors un réseau stéréographique où chaque plan peut être représenté par un point.

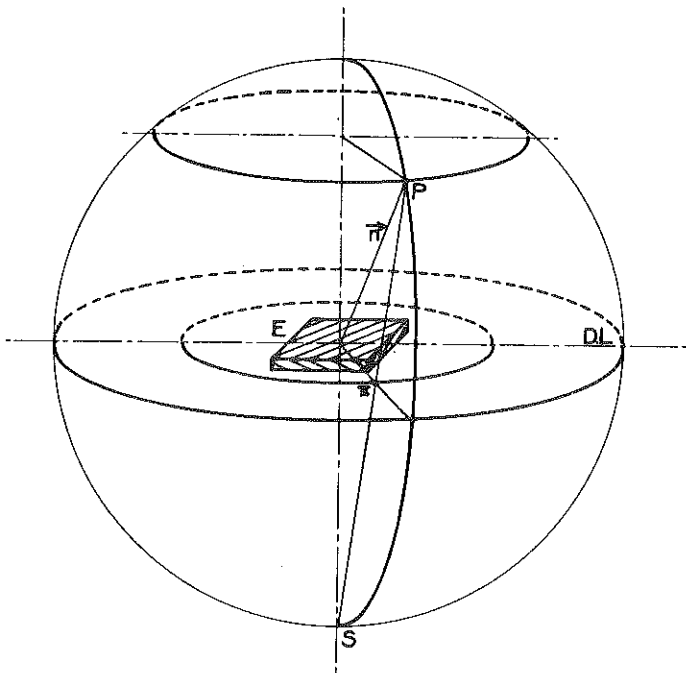


fig.1a Projection stéréographique polaire
Schéma de principe

E: échantillon représenté par ses plans cristallins

D.L: direction de laminage

$\vec{n}$: normale aux plans cristallins

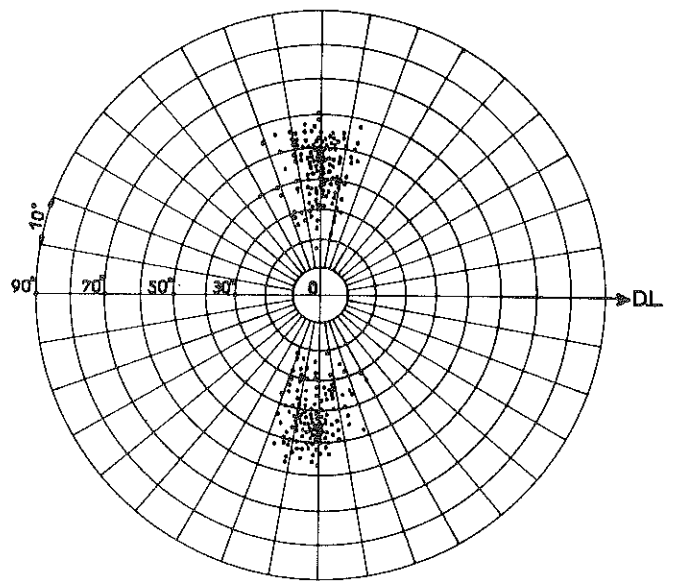


fig.1b Réseau polaire et figure du pôle (100) d'une texture Goss.

D.L: direction de laminage

Dans la pratique on utilise simultanément deux projections : la projection de Wulff et la projection polaire. Nous n'utiliserons ici que la projection polaire dont nous avons rappelé le principe et le réseau fig.1.

La description d'une texture c'est-à-dire la représentation des différents grains qui constituent l'échantillon devient alors simple. On choisit dans chaque grain un plan cristallin par exemple le plan (100) et on lui associe son pôle dans le réseau stéréographique. L'ensemble des grains légèrement désorientés par rapport à l'orientation idéale est représenté par un ensemble de points entourant le pôle du plan choisi dans la texture idéale, dans notre exemple, le pôle du plan (100) d'un monocristal taillé avec l'orientation de la texture. Les techniques expérimentales ne permettent pas de repérer un seul plan (100) mais seulement la famille de plans de cette catégorie. On aura donc dans la figure de pôles plusieurs ensembles de points correspondant aux différents plans {100}. Chaque ensemble de points contient en principe la même quantité d'information sur la texture mais pour des raisons expérimentales ces informations peuvent être complémentaires.

I.2.b. Figures de pôles

Dans les aciers texturés à usage électrotechnique les grains traversent complètement la tôle et une figure de pôles effectuée en surface représente bien l'échantillon. Pour la détermination de ces figures de pôles, les rayons X constituent un moyen de choix puisqu'ils permettent d'identifier n'importe quel plan cristallin. Une simple méthode de Laue répétée sur chaque grain donne la figure de pôles, mais c'est un travail considérable. Schultz¹ a proposé une méthode rapide. Elle est à l'origine des goniomètres de texture à rayons X. Une méthode plus rapide consiste à révéler par attaque chimique (chlorure ferrique par exemple) les plans {100} des différents grains et à examiner l'échantillon avec un goniomètre optique adapté. La fig.1b donne un exemple de figure de pôle obtenue par cette méthode.

I.2.c. Courbes de couple

On peut aussi obtenir des informations sur la texture à partir de l'anisotropie magnétique, c'est-à-dire par une mesure du couple exercé sur un échantillon placé dans un champ magnétique intense. Cette méthode sensible et rapide est cependant une mesure indirecte et nous montrerons que cette description de la texture, bien que très commode, n'est pas sans ambiguïté. Pour procéder à cette analyse il nous faut chercher une description de la distribution des orientations.

I.3. TEXTURE REELLE, DISTRIBUTION DES DESORIENTATIONS DANS LES ECHANTILLONS POLYCRISTALLINS

La figure 1b représente la figure de pôle d'un acier Goss industriel. Sur cette figure on note une densité de points, les pôles, approximativement constante sur une certaine surface ce qui signifie que la probabilité de rencontrer un grain présentant une désorientation θ_1 par rapport à la texture idéale est constante dans un certain domaine autour de la texture idéale. Dans une première approximation ce domaine pourra être représenté par un angle solide pyramidal (rectangle sur la figure de pôles) ou conique (ellipse sur la figure de pôles) ayant pour axe la normale au plan (100) en texture parfaite.

Nous représenterons dans la suite la répartition spatiale des grains par une distribution schématisée fig.2 c'est-à-dire une probabilité constante de rencontrer la normale aux plans {100} des grains à l'intérieur d'un certain domaine angulaire.

I.4. ESTIMATION DES COURBES DE COUPLE DES ECHANTILLONS POLYCRISTALLINS EN TEXTURE IMPARFAITE

La distribution des orientations des grains permet d'accéder au calcul de grandeurs mesurables. Comme premier exemple nous estimerons la courbe de couple d'un échantillon polycristallin.

I.4.a. Texture Goss

Compte-tenu de la symétrie cristalline du fer l'énergie d'anisotropie se développe en fonction des cosinus directeurs $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ de l'aimantation avec les axes <001> du cristal sous la forme :

$$E_a = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (1)$$

Pour le FeSi 3 %, K_1 vaut $3,65 \cdot 10^5$ erg/cm³ et $K_2 \approx \frac{K_1}{10}$

Le couple par unité de volume exercé sur un échantillon monocristallin dont l'aimantation est écartée sous l'action d'un champ magnétique d'un angle β d'une direction [001] vaut :

$$\Gamma = - \frac{\partial E_a}{\partial \beta} \quad (2)$$

La mesure des couples sur les tôles s'effectue sur des échantillons en forme de disque avec le champ magnétique appliqué dans le plan du disque. Pour des textures parfaites Goss ou cubiques l'expression du couple est simple ; elle correspond respectivement à celle des plans (110) et (100) du monocristal et vaut en ne conservant que les termes en K_1

$$\Gamma_{110} = - \frac{K_1}{8} (2 \sin 2\beta + 3 \sin 4\beta) \quad (3)$$

$$\Gamma_{100} = - \frac{K_1}{2} \sin 4\beta \quad (4)$$

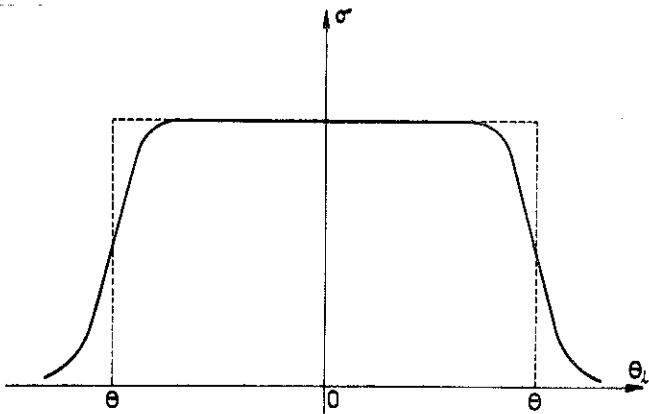


fig. 2 Répartition des grains dans une texture Goss en fonction de l'angle de désorientation.

Pour des échantillons polycristallins le couple mesuré représente la moyenne de la contribution de chaque grain légèrement désorienté par rapport à la texture idéale. Le calcul de ce couple consiste à exprimer, par l'intermédiaire de l'énergie magnéto-cristalline, le couple donné par chaque grain i en fonction des angles de désorientation, puis à en calculer la valeur moyenne pour la distribution des désorientations représentée fig.2

Dans la pratique on utilise trois angles ϕ , θ , ξ pour définir la désorientation d'un grain (Fig.4 hors texte en Annexe A). L'expression des cosinus directeurs et par suite de l'énergie en fonction de ces angles est lourde et peu commode.

Dans les aciers Goss courants les angles de désorientation ne dépassent guère 15° , pour des valeurs plus élevées les propriétés magnétiques sont tellement mauvaises qu'il ne s'agit plus à proprement parler d'aciers texturés. Dans cette hypothèse (ϕ , θ , ξ petits) les calculs sont simplifiés.

Les cosinus directeurs de l'aimantation s'écrivent en ne gardant que les termes prépondérants :

$$\begin{aligned} \alpha_1 &\approx \cos \theta \cos(\phi + \beta) \\ \alpha_2 &\approx \alpha_3 \approx \frac{\sqrt{2}}{2} \sin(\phi + \beta) \cos \theta \cos \xi \end{aligned} \quad (5)$$

Les couples élémentaires valent :

$$\gamma_i = - \frac{\partial E_a(\phi \theta \xi \beta)}{\partial \beta} \quad (6)$$

et leur valeur moyenne :

$$\bar{\Gamma} = \frac{\sum_{i=1}^n \gamma_i}{\sum_{i=1}^n n_i} = \frac{\iiint_D \sigma \gamma_i d\phi d\theta d\xi}{\iiint_D \sigma d\phi d\theta d\xi} \quad (7)$$

Le couple moyen dans un parallélépipède rectangle d'arêtes 2ϕ , 2θ , 2ξ de probabilité constante d'avoir un grain désorienté de ϕ_i , θ_i , ξ_i s'écrit finalement :

$$\begin{aligned} \bar{\Gamma} = - \frac{K_1}{2} & \left[\left(\frac{3}{8} + \frac{\sin 2\theta}{4\theta} + \frac{\sin 4\theta}{32\theta} \right) \left(\frac{13}{16} + \frac{3 \sin 2\xi}{8\xi} - \frac{\sin 4\xi}{64\xi} \right) \frac{\sin 4\phi}{4\phi} \right] \sin 4\beta \\ & + \left[\left(\frac{3}{8} + \frac{\sin 2\theta}{4\theta} + \frac{\sin 4\theta}{32\theta} \right) \left(\frac{3}{8} + \frac{\sin 2\xi}{4\xi} + \frac{\sin 4\xi}{32\xi} \right) \frac{\sin 2\phi}{2\phi} \right] \sin 2\beta \end{aligned} \quad (8)$$

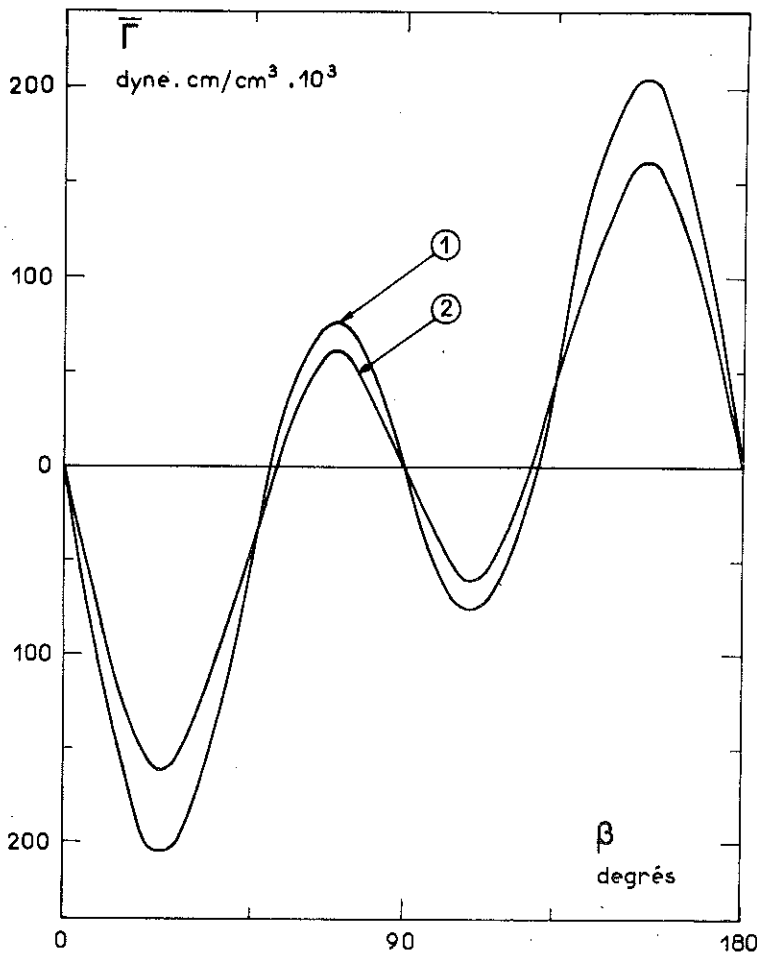


fig. 3 Courbes de couple d'échantillons en texture Goss placés dans un champ intense, en fonction de β , angle entre la direction de laminage et le champ.

- ① monocrystal
- ② polycrystal ($\theta = \phi = \xi = 16^\circ$)

Cette loi de couple en fonction de β , angle entre la direction de laminage et le champ est semblable à celle du monocristal mais présente une atténuation progressive des maxima quand les angles de désorientation croissent (fig.3).

Les tableaux I et II page 10 donnent des informations précises sur ces courbes de couple. On remarque en particulier :

- La baisse régulière de ρ (rapport du petit maximum m_2 au grand maximum M_1 de $\bar{\Gamma}$) avec la désorientation, en accord avec l'expérience ; alors que l'on tient souvent ce résultat pour paradoxal
- L'inégale influence des désorientations tableau II.

Le tableau III page 10 montre un bon accord avec l'expérience compte-tenu du petit nombre de grains dans chaque disque de mesure (moins de 10).

I.4.b. Texture cubique

La méthode que nous venons de développer s'applique sans difficulté aux échantillons polycristallins en texture cubique.

Pour des échantillons avec trois angles de désorientations ϕ θ ξ où θ et ξ restent faibles (fig.5 en annexe A).

$$\begin{aligned} \bar{r} \approx & -\frac{K_1}{4} \left[\left\{ 2 \left(\frac{1}{2} + \frac{\sin 2\xi}{4\xi} \right) \left(\frac{1}{2} + \frac{\sin 2\theta}{2\theta} \right) + 2 \left(\frac{3}{8} + \frac{\sin 2\xi}{4\xi} + \frac{\sin 4\xi}{32\xi} \right) \left(\frac{1}{2} - \frac{\sin 2\theta}{4\theta} \right) \right. \right. \\ & - \frac{1}{2} \left(\frac{1}{2} - \frac{\sin 4\theta}{8\theta} \right) \left(\frac{1}{2} + \frac{\sin 2\xi}{4\xi} \right) \left. \right\} \frac{\sin 4\phi}{4\phi} \sin 4\beta \\ & - \left. \left\{ \left(\frac{1}{2} + \frac{\sin 2\xi}{4\xi} \right) \left(\frac{1}{2} - \frac{\sin 4\theta}{8\theta} \right) \right\} \frac{\sin 2\phi}{2\phi} \sin 2\beta \right] \quad (9) \end{aligned}$$

La loi de couple n'est plus en $\sin 4\beta$ et fera apparaître deux maxima inégaux et un rapport de ces deux maxima $\rho < 1$.

I.4.c. Détermination des textures par mesure de couple

L'établissement d'une courbe de couple est une opération rapide et susceptible d'une bonne précision. On préfère souvent cette méthode aux figures de pôles pour la détermination des textures. Malheureusement la relation entre couple et écart à la texture n'est pas indépendante d'hypothèses souvent peu valables : matériau constitué d'une seule texture et par exemple $\theta = \phi = \xi$. Même avec ces hypothèses cette méthode se révèle incapable de fournir des informations sur les angles qui abaissent la valeur du couple et il reste toujours une certaine ambiguïté pour relier le couple à la désorientation des grains. Les tableaux I et II page 10 en fournissent l'illustration.

Toutefois si on abandonne le choix préalable du type de texture qui n'est justifié que par la ressemblance avec la courbe du monocristal taillé suivant la texture, la détermination de la texture par mesure de couple devient douteuse dans certains cas.

$\Theta = \phi = \xi$ degré	Position du 1 ^{er} zéro degré	Position du 1 ^{er} maxi. M_1 degré	Position du 2 ^e maxi. m_2 degré	Valeur M_1 dyne cm/cm ³	Valeur m_2 dyne cm/cm ³	$\rho = \left \frac{m_2}{M_1} \right $
0	54,7	25,5	71,3	- 204 798	76 664	0,374
4	54,8	25,5	71,4	- 201 807	74 929	0,371
8	55,1	25,6	71,5	- 193 061	69 878	0,362
12	55,5	25,7	71,7	- 179 227	61 954	0,346
16	56,2	25,9	72,0	- 161 322	51 843	0,321
20	57,2	26,1	72,4	- 140 615	40 388	0,287

Tableau I Caractéristiques des courbes de couple d'échantillon polycristallins
où $\Theta = \xi = \phi$

Θ	ϕ	ξ	Position du 1 ^{er} zéro degré	Position du 1 ^{er} maxi. M_1 degré	Position du 2 ^e maxi. m_2 degré	Valeur M_1 dyne cm/cm ³	$\rho = \left \frac{m_2}{M_1} \right $
8	0	0	54,7	25,5	71,3	- 202 162	0,374
16	0	0	54,7	25,5	71,3	- 194 556	0,374
0	8	0	55,1	25,7	71,5	- 197 033	0,358
0	16	0	56,6	26,0	72,2	- 175 089	0,308
0	0	8	54,7	25,5	71,3	- 203 304	0,378
0	0	16	54,4	25,5	71,2	- 198 917	0,388

Tableau II caractéristiques de quelques courbes de couple d'échantillon polycristallins

Θ	ϕ	ξ	M_1 calculé dyne cm/cm ³	ρ calculé	M_1 exp.* dyne cm/cm ³	ρ exp.
6	6	6	- 198 122	0,367	- 200 940	0,358
10	12	8	- 182 516	0,340	- 185 200	0,310

* Moyenne de 10 valeurs expérimentales

Tableau III Comparaison des caractéristiques des courbes de couple calculées
et expérimentales

Ainsi des tôles à texture Goss ou cubique imparfaites peuvent donner l'une et l'autre des termes en $\sin 4\beta$ et $\sin 2\beta$. Une courbe de couple expérimentale avec des termes en $\sin 4\beta$ et $\sin 2\beta$ ne permettra pas de distinguer s'il s'agit d'une texture Goss floue ou s'il s'agit d'une texture Goss avec un faible pourcentage de texture cubique. Cette objection prend toute sa valeur quand la courbe de couple du polycristal s'éloigne trop de celle du monocristal (par exemple quand le maximum du polycristal est inférieur à 70 % de celui du monocristal). Il faut alors être prudent dans les conclusions.

Ch.II : LA CONFIGURATION DES DOMAINES DANS LES ACIERS TEXTURES ET SES CONSEQUENCES

L'étude de l'équilibre énergétique d'un échantillon ferromagnétique fait apparaître essentiellement trois composantes :

- D'une part l'énergie magnétostatique due à des interactions à grande distance
- D'autre part l'énergie d'échange et d'anisotropie dues aux interactions à distance atomique
- Enfin exceptionnellement des effets magnétoélastiques et de sur-structure magnétique de même nature que les précédents.

Les contributions de ces différentes énergies conduisent, pour minimiser l'énergie totale, à une structure à une échelle intermédiaire, comprise entre la dimension du cristal et celle d'une maille élémentaire. A l'intérieur de cette portion du cristal appelée domaine élémentaire de Weiss tous les moments atomiques sont parallèles les uns aux autres.

Il existe pour un échantillon de multiples configurations en domaines possibles avec des énergies peu différentes mais le passage de l'une à l'autre n'est ni facile ni réversible et donne lieu à l'hystérésis.

II.1. LA CONFIGURATION DES DOMAINES DANS LES ACIERS EN TEXTURE GOSS

II.1.a. Grains en texture presque parfaite -----

Les structures en domaines sont en général extraordinairement complexes sauf pour quelques orientations des échantillons. Les aciers texturés Goss et cubiques correspondent à deux cas simples.

Avant de décrire les configurations en domaine dans les aciers texturés il est intéressant de rappeler que le fer possède, à la température ambiante, une aimantation à saturation et une constante d'anisotropie élevées, plus faible que le cobalt mais plus forte que le nickel. On verra donc dominer les effets magnétostatiques et d'anisotropie. Les effets magnétoélastiques seront en général peu importants.

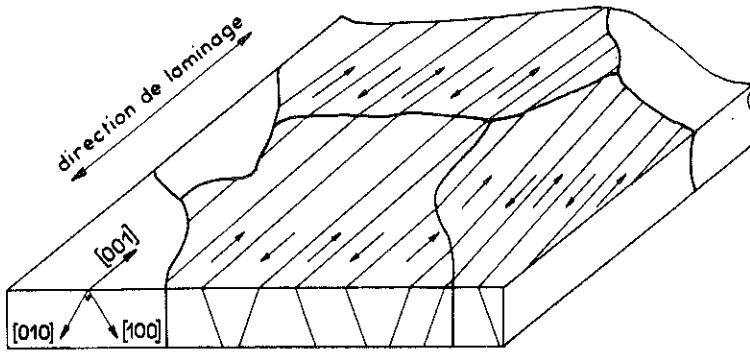


fig. 6 Tôle en texture (110) [001] avec une répartition des domaines idéalisée.

Un grain dans une tôle de grandes dimensions, c'est-à-dire sans champ démagnétisant dans le plan (110) a dans ce plan un faible champ démagnétisant dû seulement à ses voisins. Par contre dans la direction normale à la tôle le champ démagnétisant est considérable. Dans les grains où la direction [001] est dans le plan de la tôle l'aimantation s'aligne

donc suivant cette direction [001] de facile aimantation ; le faible champ démagnétisant des grains conduit dans l'état désaimanté à la structure classique en parallélépipèdes séparés par des parois à 180° (fig.6).

II.1.b. Grains en texture imparfaite, rôle des surfaces

Dans un acier réel, la majorité des grains présentent des désorientations importantes et la répartition simple des domaines que nous venons de décrire ne constitue qu'un cas particulier assez rare.

Le basculement de l'aimantation hors de la surface de la tôle (angle θ fig.4) fait apparaître une densité de charges superficielles $^+ J_s \sin \theta$ et conduit² à une augmentation d'énergie dans une structure en bandes de largeur d

$$\Delta E_{ms} = 0,852 J_s^2 d \sin^2 \theta \text{ erg/cm}^2 \quad (10)$$

De même à l'interface entre deux grains dont les aimantations font des angles α_1 et α_2 avec la normale au joint de grain il apparaît une densité de charges

$$\delta = J_s (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2) \quad (11)$$

qui varie suivant l'orientation du joint de grain avec les directions $[001]$ des deux grains. Cependant l'accroissement d'énergie magnétostatique qui en découle est en général plus faible que ΔE_{ms} car d'une part la densité de charges aux joints est, sauf exception locale, inférieure à celle de la surface et d'autre part la surface des joints de grains est bien inférieure à la surface libre dans les aciers Goss.

En fait l'aimantation ne demeure pas bloquée suivant la direction $[001]$ puisque K_1 a une valeur finie. Elle tourne sous l'action du champ démagnétisant des charges superficielles ce qui conduit à diluer celles-ci dans le solide et à réduire l'énergie magnétostatique (effet μ^*).

Une autre méthode pour diminuer l'énergie magnétostatique en utilisant les ressources de l'anisotropie consiste à créer des domaines de fermeture mais il apparaît parallèlement une énergie de paroi et si les domaines ont leur aimantation à 90° de l'aimantation principale une énergie magnétoélastique.

La configuration des domaines supplémentaires dans les aciers sans contrainte mécanique dépend finalement d'abord des contributions magnétostatiques.

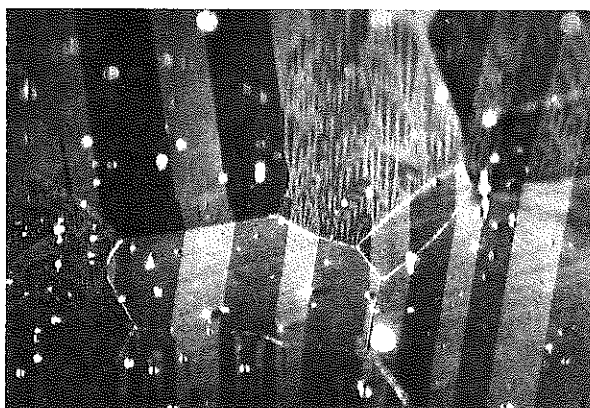


fig. 7 Domaines magnetiques superficiels dans une tôle Goss. (Observation par effet Kerr, voir annexe B)

- Si la désorientation amène peu de charges il n'y a pas de domaines de fermeture fig.7 grains centraux.
- Si au contraire θ devient plus grand ($\theta > 2^\circ$) ou $|\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2|$ supérieur à une limite (il peut se faire que pour certains joints il y ait combinaison des deux effets ce qui précipite l'apparition des domaines de fermeture dans ces joints) l'éner-

gie d'une configuration à domaines de fermeture devient plus faible que l'énergie du système en bandes.

Il apparaît alors en surface des domaines de fermeture ; la division interne en domaines parallélépipédiques étant dans son ensemble conservée fig.7 grains centraux bas et haut. La densité superficielle des domaines de fermeture et la complexité des structures croissent avec la désorientation³.

Ces configurations se compliquent encore dans les aciers soumis à des contraintes mécaniques. Dans le cas très simple d'une contrainte uniaxiale il apparaît un terme d'énergie élastique uniaxiale qui interfère avec l'énergie d'anisotropie. S'il s'agit par exemple d'une traction dans le sens de laminage (planage sous tension des tôles) l'augmentation de l'anisotropie dans cette direction amène la disparition des domaines de fermeture les moins stables. Si on exerce au contraire une traction ou un champ dans le sens transverse suivant la direction $[1\bar{1}0]$ la distribution des domaines dans le solide est complètement modifiée⁴⁻⁵ et il apparaît en surface des structures en domaine plus complexes. Enfin s'il s'agit de contraintes localisées ou de champs démagnétisants locaux il n'est plus possible d'imaginer la distribution interne des domaines.

II.1.c. Quelques géométries de domaines de fermeture en l'absence de champ dans les aciers en texture Goss

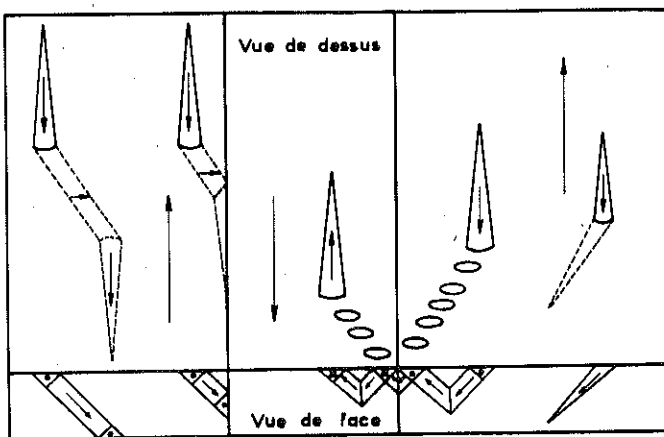


fig.8 Configuration possible des domaines dans un acier en texture Goss (d'après⁶)

Pour les aciers Goss bien texturés la complexité des structures reste limitée. Hubert^{6 7} décrit les plus simples avec le modèle de la fig.8 confirmé récemment par Schlenker⁸. Ces auteurs montrent qu'effectivement la structure générale du cristal peut se diviser en une structure principale de bandes aimantées alternativement et une structure secondaire constituée de prismes superficiels : les "lancettes" reliées entre elles par des domaines transverses aimantés suivant $^* [010]$ et $^+ [100]$. Les structures secondaires

concernent surtout la surface, l'intérieur du cristal demeure divisé par des parois à 180° où sont enchevêtrés des domaines à 90° .

II.1.d. Configuration des domaines dans les aciers en texture cubique

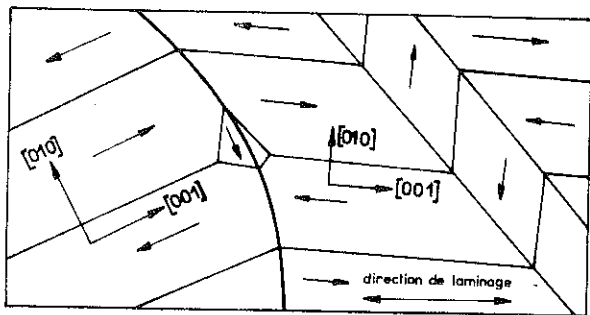


fig. 9 Configuration hypothétique des domaines dans un acier en texture cubique.

Les remarques que nous avons faites pour les aciers Goss valent pour les aciers en texture cubique. Ceux-ci présentent cependant une différence fondamentale : deux directions de facile aimantation sont dans le plan de la tôle. Il existe alors deux structures en domaines d'énergie très voisine, l'une avec des domaines principaux parallèles à la direction de laminage et des domaines secondaires transverses (fig.9) l'autre avec des domaines principaux perpendiculaires à la direction de laminage.

La répartition des domaines en l'absence de champ dépendra du processus de désaimantation.

Pour les seuls aciers en texture cubique connus le plan (100) est confondu avec le plan de la tôle⁹ et la structure en domaines doit être voisine de celle représentée fig.9. Pour les aciers où le plan (100) fait un angle notable avec le plan de la tôle la situation devient vite inextricable.

II.2. L'AIMANTATION A SATURATION PRATIQUE $\bar{B}_{10}$ DES ACIERS GOSS ET CUBIQUES

La configuration des domaines permet d'estimer sans avoir recours au détail des processus d'aimantation deux caractéristiques intéressantes en électrotechnique :

- L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$: aimantation d'un échantillon soumis à un champ effectif de 10 Oe
- La magnétostriction apparente.

I.2.a. L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ dans un grain

Par aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ on entend aimantation obtenue à la suite du déplacement de toutes les parois mobiles. Dix oersteds se

trouvent en effet pour le FeSi texturé cent fois plus grand que son champ coercitif qui correspond au blocage des parois et plus faible que le champ nécessaire pour ramener l'aimantation dans le plan de la tôle. Son intérêt technique est évident ; elle correspond à l'aimantation maxima à laquelle on peut amener un matériau sans dépense excessive d'énergie. Nous utiliserons dans la suite la notation B_{10} mais nous lui donnerons son contenu général.

Précisons l'état d'aimantation d'une tôle dans un champ de dix Oersteds. La structure en lancettes de la fig.8 apparaît pour abaisser l'énergie magnétostatique créée par les charges superficielles $\pm J_s \sin\theta$ dues au basculement θ de l'aimantation hors du plan de la tôle.

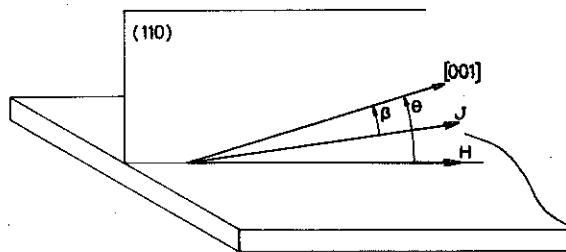


fig.10 Rotation de l'aimantation sous l'action d'un champ

Le champ susceptible de faire disparaître cette structure correspond au champ capable de ramener l'aimantation dans le plan de la tôle en luttant contre l'anisotropie. Le couple exercé par ce champ sur l'aimantation est alors égale au couple d'anisotropie magnétocristalline. Dans un plan (110) fig.10 on obtient :

$$H = \frac{K_1}{8J_s \sin(\theta - \beta)} \cdot [2 \sin 2\beta + 3 \sin 4\beta] \quad (12)$$

Les lancettes apparaissent pour une désorientation de 1,5 à 2 degrés ; en première approximation nous prendrons $(\theta - \beta) = 2^\circ$ ce qui conduit à une limite inférieure du champ capable de faire disparaître les lancettes

$$\begin{aligned} H &= 142 \text{ Oe} && \text{pour } \theta = 10^\circ \\ H &= 73,5 \text{ Oe} && \text{pour } \theta = 6^\circ \end{aligned}$$

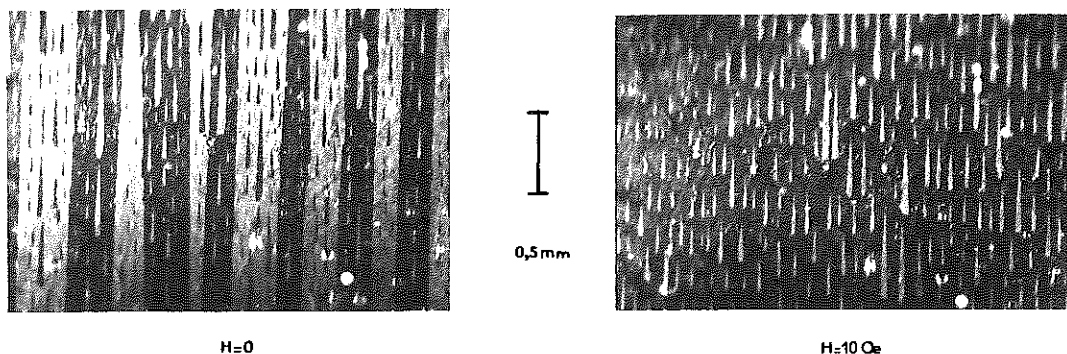


fig.11 Evolution des domaines de fermeture dans un acier Goss soumis à un champ de 10 Oe.

Un champ de dix oersteds n'aura donc que peu d'effet sur le volume des lancettes et des domaines à 90° associés. La fig.11 confirme cette hypothèse.

Pour le calcul de B_{10} nous supposons le champ démagnétisant des grains dans le sens de laminage faible et l'épaisseur de la tôle suffisante pour négliger les domaines prismatiques à 180° de l'aimantation principale.

Nous nous limitons au cas de la fig.4 annexe A où la désorientation des grains est définie par θ et ϕ seulement $\xi = 0$. Remarquons d'ailleurs qu'une désorientation du plan (110) d'un angle ξ ne modifie pas la structure des domaines de fermeture qui n'est déterminée que par la désorientation θ .

La conservation du flux suivant les trois directions de l'espace, en supposant qu'il y ait autant de domaines transverses suivant $[010]$ et $[100]$ conduit pour chaque grain avec le modèle de la figure 12 à :

$$\begin{cases} B_{10}^i \approx J_s (1 - x) \cos\phi \cos\theta + \frac{x}{\sqrt{2}} J_s \sin\theta \cos\phi & (13) \end{cases}$$

$$\begin{cases} 0 = J_s (1 - x) \sin\theta - J_s \frac{x}{\sqrt{2}} \cos\theta & (14) \end{cases}$$

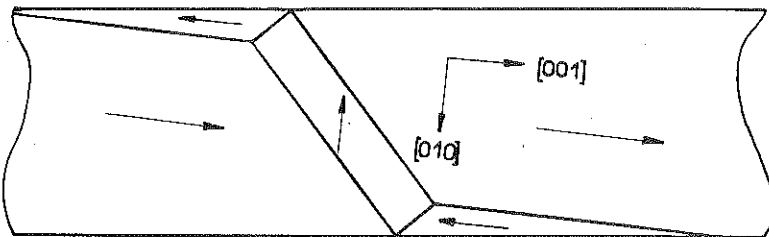


fig.12 Schéma simplifié des domaines transverses dans une tôle Goss (Coupe suivant un plan (100) à 45° de la normale à la tôle)

où x désigne la fraction de volume des domaines à 90° de l'aimantation principale et J_s l'aimantation à saturation du FeSi

$$x = \frac{\sqrt{2} \sin\theta}{\cos\theta + \sqrt{2} \sin\theta} \quad (15)$$

$$\frac{B_{10}^i}{J_s} \approx \frac{\cos\phi}{\cos\theta + \sqrt{2} \sin\theta} \quad (16)$$

II.2.b. L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ d'un échantillon

en texture Goss imparfaite

La valeur moyenne

$$\bar{B}_{10} = \frac{\sum_{i=1}^n B_{10}^i}{\sum_{i=1}^n n_i} = \frac{\iint_D B_{10}^i(\theta, \phi) d\theta d\phi}{\iint_D d\theta d\phi} \quad (17)$$

se calcule simplement sur un domaine rectangulaire de probabilité constante.

On trouve en posant :

$\text{tg } \psi = \sqrt{2}$ pour l'intégration

$$\frac{\bar{B}_{10}}{J_s} \approx \frac{\sin \phi}{\theta \phi} \cos \psi \left[\text{Log} \left| \text{tg} \left(\frac{\theta}{2} + \frac{\pi}{4} - \frac{\psi}{2} \right) \right| - \text{Log} \left| \text{tg} \left(\frac{\pi}{4} - \frac{\psi}{2} \right) \right| \right] \quad (18)$$

soit si on exprime θ et ϕ en radians

$$\frac{\bar{B}_{10}}{J_s} \approx \frac{1,329 \sin \phi}{\theta \phi} \log \left| \frac{\text{tg} \left(\frac{\theta}{2} + 0,298 \right)}{0,318} \right| \quad (19)$$

Nous avons remarqué en I.3 que le domaine de probabilité constante est plutôt elliptique que rectangulaire. Pour le calcul de B_{10} sur un tel domaine on développe B_{10}^i en fonction de θ et ϕ ; ce qui est justifié puisque nos hypothèses sur la structure en domaines supposent θ et ϕ petits (≤ 20 degrés)

$$\frac{B_{10}^i}{J_s} \approx 1 - \sqrt{2} \theta + \frac{5}{2} \theta^2 - \frac{\phi^2}{2} + \frac{\sqrt{2}}{2} \theta \phi^2 - \frac{11\sqrt{2}}{6} \theta^3 + \dots \quad (20)$$

on paramètre le domaine sous la forme $\theta = \theta \cdot \sin t$

$$\phi = \phi \cdot \cos t \quad 0 \leq t \leq \pi/2 \quad (21)$$

et on trouve
$$\frac{\bar{B}_{10}}{J_s} \approx 1 - \frac{4\sqrt{2}}{3\pi} \theta + \frac{5}{8} \theta^2 - \frac{1}{8} \phi^2 + \frac{2\sqrt{2}}{15\pi} \theta \phi^2 - \frac{44\sqrt{2}}{45\pi} \theta^3 + \dots \quad (22)$$

La fig.13 montre un exemple de vérification des équations 19 et 22 avec $\theta = \phi$. Les points expérimentaux d'après Littmann ne correspondent pas à l'hypothèse $\theta = \phi$ exceptionnelle sur les échantillons très désorientés ; l'angle exprimé vaut $\frac{\theta + \phi}{2}$

La vérification de l'équation 22 est satisfaisante ; pour des échantillons habituels à 3,2 %Si et $\theta = 9^\circ$ $\phi = 14^\circ$ on calcule $\bar{B}_{10} = 18200$ Gauss et mesure en moyenne 18000 à 18200 Gauss.

L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ est très sensible à l'angle θ alors que le couple $\bar{\Gamma}$ l'est à l'angle ϕ . La mesure du couple apparaît ainsi peu adaptée à une description de la texture et les utilisateurs lui préfèrent $\bar{B}_{10}$.

II.2.c. Aimantation à saturation $\bar{B}_{10}$ d'échantillons Goss peu désorientés ($\theta < 3$ degrés)

Il n'apparaît plus à ce moment de domaines transverses dans la tôle et :

$$\bar{B}_{10}^1 = J_s \cos\phi \cos\theta \quad (23) \text{ on admet que } \theta \text{ est l'angle réel}$$

de l'aimantation avec la surface bien qu'il n'en soit que la borne supérieure (fig.10)

$$\frac{\bar{B}_{10}}{J_s} = \frac{\sin\phi}{\phi} \cdot \frac{\sin\theta}{\theta} \quad (24) \text{ sur un domaine rectangulaire de probabilité}$$

constante.

La baisse de $\bar{B}_{10}$ avec la désorientation est nettement plus lente que celle donnée par (19) ou (22). Elle est figurée en pointillés sur la fig.13 pour $\theta = \phi$. Malheureusement on ne sait pas obtenir de tels échantillons.

Le calcul de $\bar{B}_{10}$ comme nous l'avons mené en II.2.a et b néglige les domaines en lancettes mais sous estime l'aimantation des grains faiblement désorientés. Il est probable que cette compensation contribue au bon accord avec l'expérience.

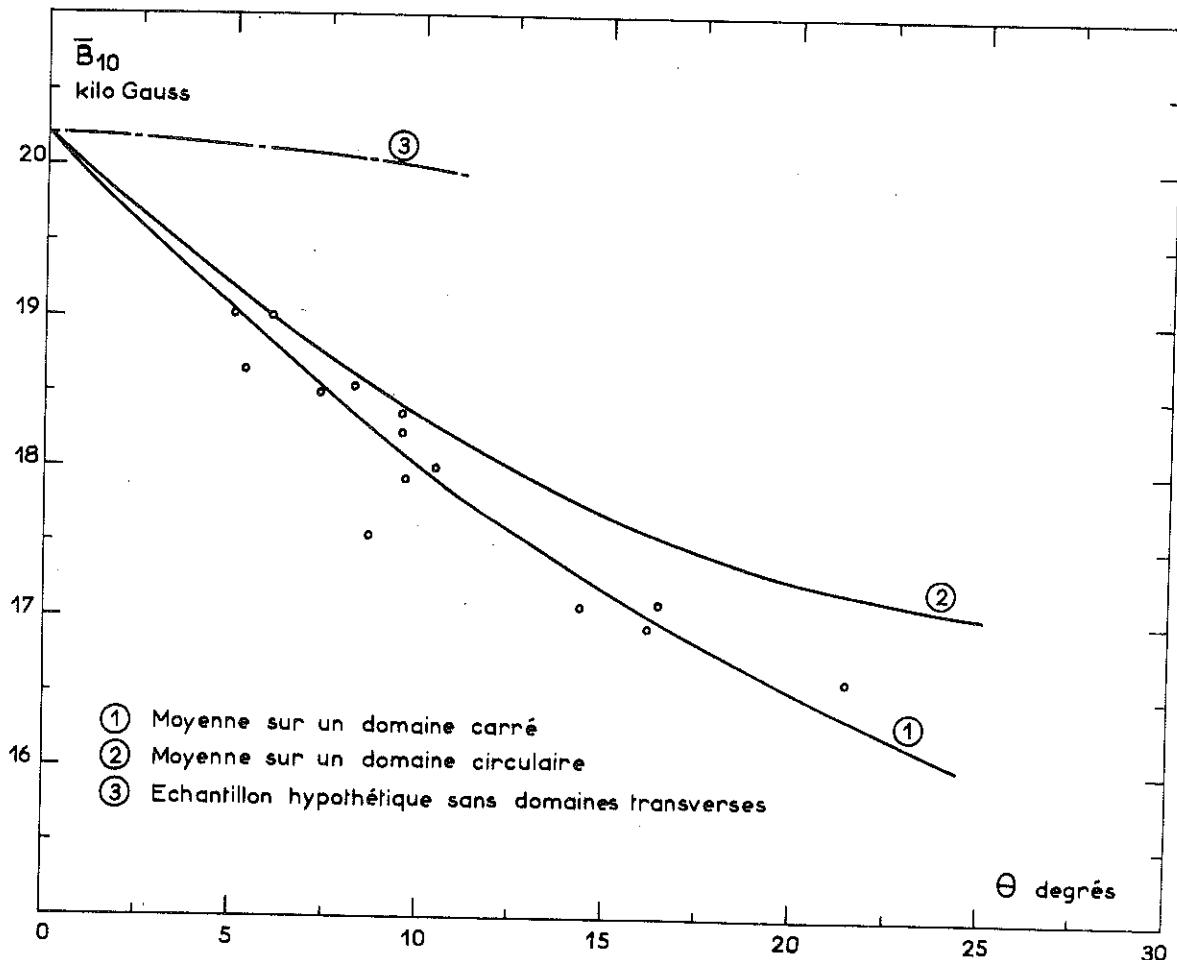


fig. 13 Aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ des aciers Goss (où $\theta = \phi$) en fonction de la largeur de désorientation θ .

II.2.d. Aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ d'échantillons

cubiques

Pour des échantillons en texture cubique on peut calculer $\bar{B}_{10}$ par la même méthode dans la mesure où on connaît un modèle vraisemblable de domaines dans les grains. Examinons rapidement le cas où les grains sont désorientés dans le plan de la tôle seulement. Pour des échantillons allongés dans le sens de laminage la structure en domaine est probablement un système de domaines à 180° parallèles à la direction de laminage avec des domaines de fermeture utilisant $^+ [010]$ fig.9

On écrit dans chaque grain le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} B_{10}^i = J_s (1 - x) \cos\phi + J_s x \sin\phi & (25) \\ 0 = J_s x \cos\phi - (1 - x) J_s \sin\phi & (26) \end{cases}$$

$$x = \frac{\sin\phi}{\sin\phi + \cos\phi} \quad (27)$$

$$\text{et } B_{10}^i = J_s \frac{1}{\cos\phi + \sin\phi} \quad (28)$$

La valeur moyenne sur une distribution à densité constante sur un domaine angulaire $[-\phi, +\phi]$ vaut :

$$\frac{\bar{B}_{10}}{J_s} = 1 - \frac{\phi}{2} + \frac{\phi^2}{2} + \frac{\phi^3}{24} + \dots \quad (29)$$

La fig.14 compare cette loi avec les mesures de Foster et Kramer¹⁰

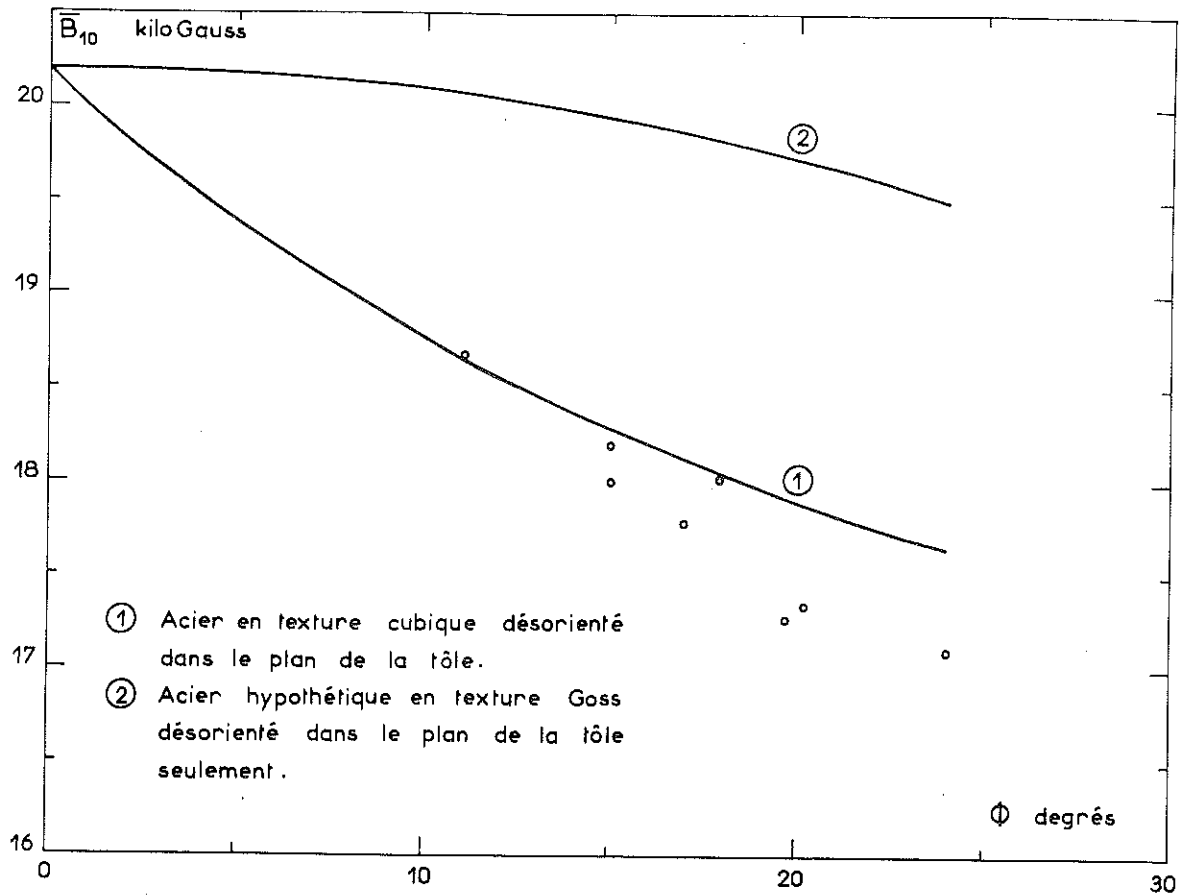


fig. 14 Aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}(\Phi)$ des aciers en texture cubique.

Remarque : On suppose parfois implicitement¹¹ qu'une texture d'angle de désorientation maximum θ peut être représentée par un monocristal désorienté de $\theta/2$. On calcule alors B_{10} pour ce monocristal et constate que les résultats expérimentaux d'un acier texturé exprimés en fonction de $\theta/2$ sont en accord avec les valeurs calculées pour le monocristal.

Il ne peut guère en être autrement avec une répartition des grains à probabilité constante (σ constante).

En effet si on applique le théorème de la moyenne à (17)

$$\frac{\iint_D B_{10}^i(\theta\phi) \sigma d\Omega}{\iint_D \sigma d\Omega} = \frac{1}{\Omega} \iint_D B_{10}^i(\theta\phi) d\Omega = \frac{K}{\Omega} \iint_D d\Omega = K \quad (30)$$

Comme $B_{10}^i(\theta\phi)$ est une fonction continue monotone $K \approx B_{10}^i(\frac{\theta}{2}, \frac{\phi}{2})$

$$\text{si } \theta = \phi \quad K \approx B_{10}^i(\theta/2) \quad (31)$$

$$\text{et } \frac{\iint_{\Omega} B_{10}^1(\theta\phi) \sigma d\Omega}{\iint_{\Omega} \sigma d\Omega} \approx B_{10}^1(\theta/2) \quad (32)$$

Cette heureuse concordance ne se vérifie plus avec une distribution des grains moins simple.

II.3. LA MAGNETOSTRICTION APPARENTE DES ACIERS TEXTURES

II.3.a. Introduction

On attribue volontiers le bruit des culasses à la magnétostriction des aciers. En fait les vibrations magnétostrictives ne sont pas seules en cause ; les efforts électromagnétiques du champ local sur l'aimantation conduisent aussi à des vibrations de fréquence double de la fréquence d'excitation.

La présence de ces vibrations que l'on a pu ignorer pendant longtemps risque de devenir préoccupante avec la taille croissante des appareils et la baisse simultanée de leurs fréquences propres. En effet une vibration de fréquence $N = 100$ Hz excite la fréquence fondamentale d'une tôle d'acier de longueur :

$$L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot \frac{1}{2N} \approx 25 \text{ mètres (33) à peine plus grande que celle d'un gros transformateur (E module d'Young, } \rho \text{ densité).}$$

Si l'on veut s'intéresser au bruit magnétostrictif des machines à leur construction il faut connaître l'évolution des effets magnétostrictifs avec différents paramètres tels que : la nature de l'acier, le champ, les contraintes ...

Les aciers à usage électrotechnique se distinguent d'abord par leur texture et nous allons tenter de relier les effets magnétostrictifs à la texture.

Les variations dimensionnelles d'un cristal découlent des modifications de la direction d'aimantation c'est-à-dire pour l'acier essentiellement de la création ou de la disparition des domaines à 90° .

Il n'est pas plus possible de prévoir la courbe de magnétostriction d'un acier qu'il est possible de calculer sa courbe d'aimantation. On peut cependant estimer comme pour $\bar{B}_{10}$ la magnétostriction apparente $(\frac{\Delta L}{L})_a$ qui correspond à la disparition de tous les domaines transverses sans rotation

de l'aimantation. Pour cela on exprime dans chaque grain la variation dimensionnelle correspondant à la disparition des domaines à 90° en fonction des angles de désorientation et on en détermine la moyenne.

III.3.b. Magnétostriction apparente d'un échantillon Goss

La formule de Becker :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta L}{L} = & \frac{3}{2} \lambda_{100} (\alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3}) \\ & + 3\lambda_{111} (\alpha_1 \alpha_2 \beta_1 \beta_2 + \dots) \end{aligned} \quad (34)$$

où les α_i représentent les cosinus directeurs de l'aimantation par rapport aux axes du cristal et les β_i les cosinus directeurs de la direction d'observation avec les axes du cristal, donne si on l'applique au modèle de la fig.8 :

Pour les parois à 180° $\frac{\Delta L}{L} = 0$ (on change α en $-\alpha$)

Pour les domaines transverses on a dans le cas désaimanté :

$$\alpha_1 = \alpha_2 = 0 \quad \alpha_3 = 1 \quad (\text{ou } \alpha_2 = 1 \text{ et } \alpha_1 = \alpha_3 = 0)$$

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_1 = \frac{3}{2} \lambda_{100} (\beta_3^2 - \frac{1}{3}) \quad (35)$$

Après disparition des domaines transverses $\alpha_1 = 1 \quad \alpha_2 = \alpha_3 = 0$

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_2 = \frac{3}{2} \lambda_{100} (\beta_1^2 - \frac{1}{3}) \quad (36)$$

La magnétostriction apparente du grain est alors si x désigne toujours la fraction de volume occupée par les domaines transverses :

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_a = \frac{3}{2} x \lambda_{100} (\beta_1^2 - \beta_3^2) \quad (37)$$

Dans le cas des aciers Goss présentant les désorientations θ et ϕ ($\xi = 0$) fig.4 en annexe A.

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_a^i \approx \frac{3}{2} \lambda_{100} \frac{\cos^2 \phi \sin \theta}{\sin \theta + \frac{\sqrt{2}}{2} \cos \theta} \left[\cos^2 \theta - \frac{1}{2} \sin^2 \theta \right] \quad (38)$$

soit :

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_a^i \approx \frac{3\sqrt{2}}{2} \lambda_{100} \left[\theta - \sqrt{2} \theta^2 + \frac{7}{6} \theta^3 - \theta \phi^2 + \dots \right] \quad (39)$$

La valeur moyenne sur un domaine elliptique vient après intégration

$$\overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)}_a \approx \lambda_{100} \left[\frac{2\sqrt{2}}{\pi} \theta - \frac{3}{4} \theta^2 + \frac{14\sqrt{2}}{15\pi} \theta^3 - \frac{2\sqrt{2}}{5\pi} \theta \phi^2 + \dots \right] \quad (40)$$

Il n'existe pas à notre connaissance de mesures de $\overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)}_a$. On mesure en général les effets magnétostrictifs dynamiques à 50 Hz pour une induction plus faible. Sur la fig.15 nous avons porté un point correspondant approximativement à $\overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)}_a$

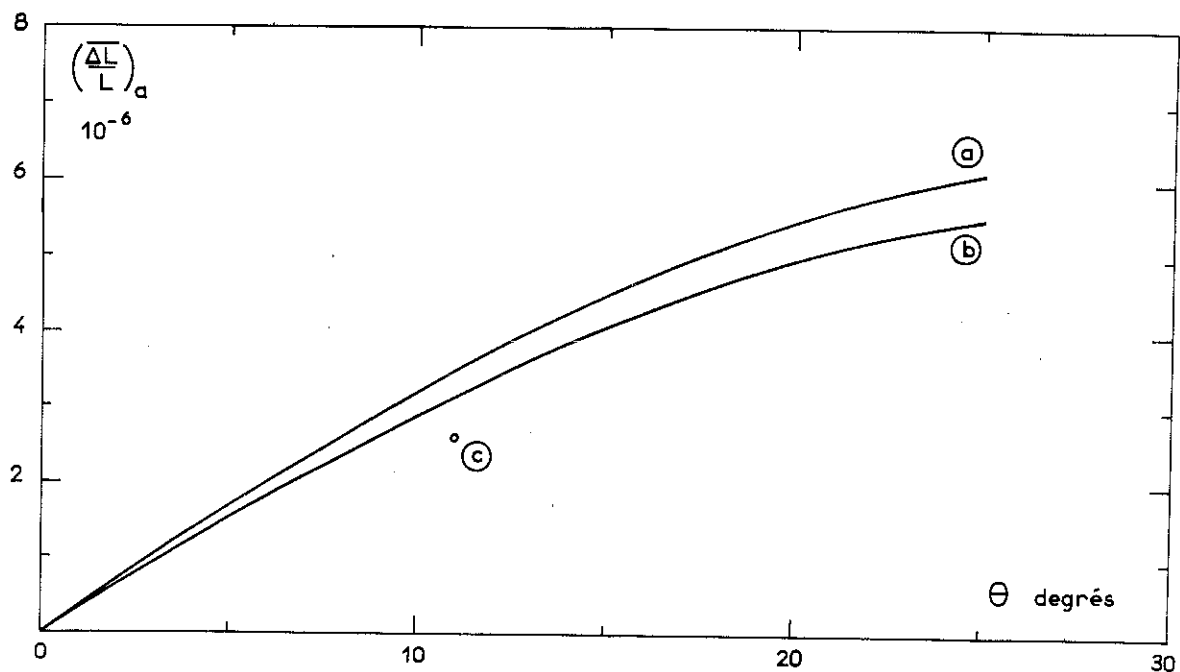


Fig. 15 Magnétostriction apparente en fonction de la largeur de désorientation :

- (a) acier Goss
- (b) acier cubique
- (c) magnétostriction dynamique d'un acier Goss, à 50 Hz pour $B_m = 19000$ G.

II.3.c. Magnétostriction apparente d'un échantillon en texture

cubique

Si on se limite au cas où deux directions $\langle 001 \rangle$ restent dans le plan de la tôle on calcule (fig.9)

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)_a^1 = \frac{3}{2} \lambda_{100} (\cos \phi - \sin \phi) \sin \phi \quad (41)$$

$$\text{et } \overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)}_a = \frac{3}{2} \lambda_{100} \left[\frac{\sin^2 \phi}{2\phi} + \frac{\sin 2\phi}{4\phi} - \frac{1}{2} \right] \quad (42)$$

qui conduit à une variation de $\overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)}_a$ avec la texture voisine de celle d'un acier Goss (fig.15)

Ch. III : LES ACIERS SOUMIS A UN CHAMP ALTERNATIF : LES PERTES

Nous avons traité jusqu'à maintenant de propriétés voisines des propriétés fondamentales dans leur sens ($\overline{B}_{10}$, $(\frac{\Delta L}{L})_a$, $\overline{T}$). Celles-ci ne sont cependant pas les plus importantes aux yeux des techniciens. Pour eux ce sont les pertes en régime alternatif qui apparaissent capitales car elles conditionnent le rendement des machines.

III.1. LES PERTES DANS LES ACIERS A USAGE ELECTROTECHNIQUE, ASPECT THEORIQUE

Les pertes dans un corps aimanté alternativement résultent de la dissipation d'énergie due à la circulation des courants induits par variation d'aimantation. L'application des lois de l'électromagnétisme devrait donc permettre de les calculer explicitement. En fait le résultat dépend des hypothèses retenues pour décrire la matière soumise au champ.

III.1.a. Méthode classique, matière magnétiquement homogène

Hypothèses : . Milieu magnétique homogène et continu
 . Fréquence faible (effet de peau négligé)

Principe du calcul : On détermine le champ électromoteur $\vec{E}$ induit par l'induction $\vec{B}$ par la relation : $\text{rot } \vec{E} = - \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$ (43)

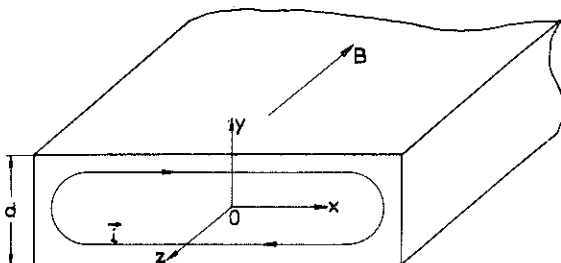


fig. 16 Calcul des pertes: modèle classique.

Les pertes instantanées associées aux courants s'écrivent :

$$dw = \frac{1}{\rho} E^2 \cdot dv \quad (44)$$

(ρ résistivité de l'alliage)

Cas particulier : Tôle mince avec l'induction dans le plan de la tôle (fig.16)

Dans une section xy (43) donne :

$$\iint_S - \frac{\partial B}{\partial t} ds = \iint_S \text{rot} \vec{E} ds = \int_C \vec{E} dl \quad (45)$$

Si l'épaisseur de la tôle est faible devant les autres dimensions :

$$E = - \frac{dB}{dt} y \quad (46)$$

et la puissance moyenne dissipée pour une variation sinusoïdale de l'induction $B = B_m \cos \omega t$ vaut :

$$W = \frac{\pi d^2 f^2 B_m^2}{6\rho} \quad (47)$$

(47) conduit à 0,25w/kg pour un acier à 3,2 % Si en tôles de 0,3 mm soumis à des excursions d'aimantation de 1,5 Tesla - 50 Hz alors que l'on mesure dans les meilleurs cas 0,80w/kg.

III.1.b. Modèle à parois planes et rigides animées d'un mouvement

sinusoïdal

Hypothèses : . Alternance régulière de domaines de même taille aimantés en sens opposé. Cette situation correspond à la fig.17 et décrit de façon idéalisée la répartition des domaines dans un grain en texture (110) [001] ou (100) [001] bien orienté.

. Parois planes et rigides toutes animées d'un mouvement sinusoïdal ce qui ignore complètement l'hystérésis

. Fréquence assez faible pour ne pas modifier la forme des parois.

Principe du calcul :

Les variations d'aimantation ne se produisent qu'au voisinage des parois, et le champ électrique dérive d'un potentiel scalaire V , qui satisfait l'équation de Laplace.

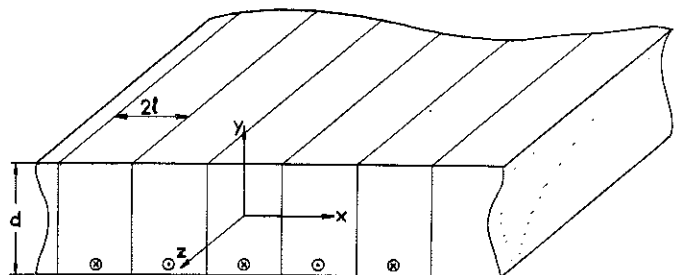


fig.17 Calcul des pertes: modèle à parois

Compte-tenu des conditions aux limites, ce potentiel s'écrit :

$$V = \sum_n \left(+ \frac{4 B_s v d}{n^2 \pi^2} \cdot \frac{1}{\operatorname{sh} \frac{n \pi l}{d}} \left[\sin \frac{n \pi y}{l} \cdot \operatorname{sh} \frac{n \pi x}{d} \right] \right) \quad (48)$$

avec $\begin{cases} + \text{ pour } 1, 5, 9, \dots \\ - \text{ pour } 3, 7, 11, \dots \end{cases}$

B_s induction à saturation de l'acier

v vitesse des parois

Les courants valent $\vec{i} = - \frac{1}{\rho} \overrightarrow{\operatorname{grad}} V$ (49) et la puissance dissipée par une paroi de longueur unité :

$$w_i = \frac{16 B_s^2 v^2 d^2}{\rho \pi^3} \sum_{n \text{ impair}} \frac{1}{n^3} \coth \frac{n \pi l}{d} \quad (50)$$

La valeur moyenne de la puissance par unité de volume pour des parois soumises à des déplacements sinusoïdaux :

$$\frac{x}{l} = \frac{B_m}{B_s} \cos \omega t \quad (51) \text{ vient finalement}$$

$$W = \frac{16 B_m^2 f^2 d l}{\rho \pi} \sum_{n \text{ impair}} \frac{1}{n^3} \coth \frac{n \pi l}{d} \quad (52)$$

Cette relation est valable pour $x \ll l$ pour x du même ordre de grandeur que l , on obtient ¹⁴ une relation voisine.

Valeur limite des pertes : Quand le nombre de parois augmente $l \rightarrow 0$

$$W \rightarrow \frac{16 f^2 B_m^2 d^2}{\rho \pi^2} \sum_{n \text{ impair}} \frac{1}{n^4} \quad (53)$$

$$\text{soit } W \rightarrow \frac{\pi^2 f^2 B_m^2 d^2}{6 \rho} \quad (54) \quad \text{car } \sum_{n \text{ impair}} \frac{1}{n^4} \rightarrow \frac{\pi^4}{96}$$

La valeur moyenne des pertes selon (54) est identique à (47) comme on devait s'y attendre puisque la dissipation d'énergie devient homogène. Cette valeur des pertes apparaît comme la limite inférieure dans un matériau idéal.

Le modèle utilisé dans le calcul des pertes suppose un mouvement réversible des parois ; hypothèse qui conduit directement à ignorer l'hystérésis. Nous savons qu'en réalité cette condition n'est jamais remplie et c'est pourquoi on observe des pertes même à fréquence nulle, mais ces pertes dites d'hystérésis correspondent toujours au même mécanisme, le déplacement des parois qui produit localement des variations brutales de flux. On notera alors que l'abaissement des pertes par hystérésis passe par les mêmes voies que celui des pertes par courant de Foucault.

- Soit une amélioration de la configuration des domaines conduisant à des mouvements plus réversibles des parois
- Soit une augmentation de la résistivité c'est-à-dire de l'amortissement des courants de Foucault.

III.1.c. Vérifications expérimentales :

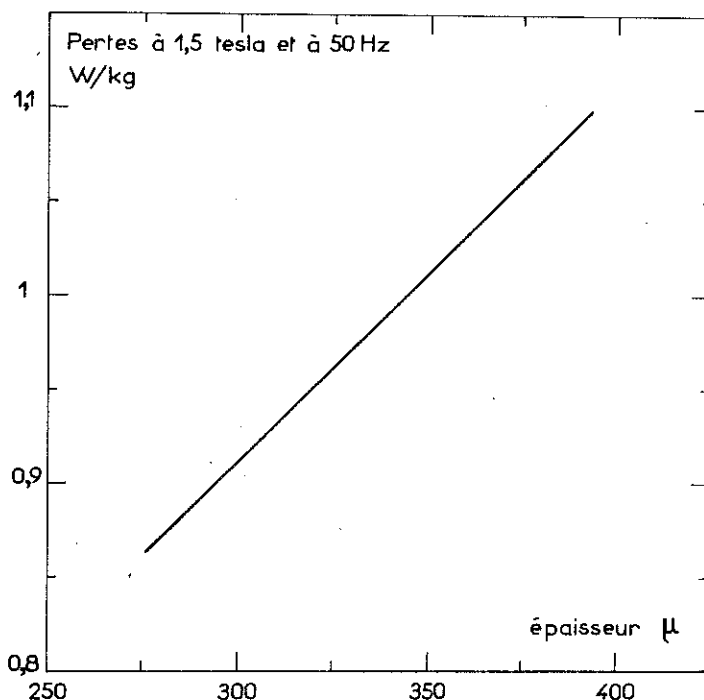


fig. 18 Valeur moyenne des pertes en fonction de l'épaisseur dans une fabrication industrielle d'acier Goss

La vérification expérimentale de (52) n'est évidemment possible que dans le domaine où les hypothèses restent valables ce qui nous conduit d'abord à une gamme d'épaisseur suffisante pour que les effets de surfaces ne soient pas trop importants et le modèle à parois vraisemblable. On constate alors que la largeur des domaines à texture constante diminue peu avec l'épaisseur ce qui est attendu puisque la largeur des domaines est liée d'abord aux effets magnétostatiques.

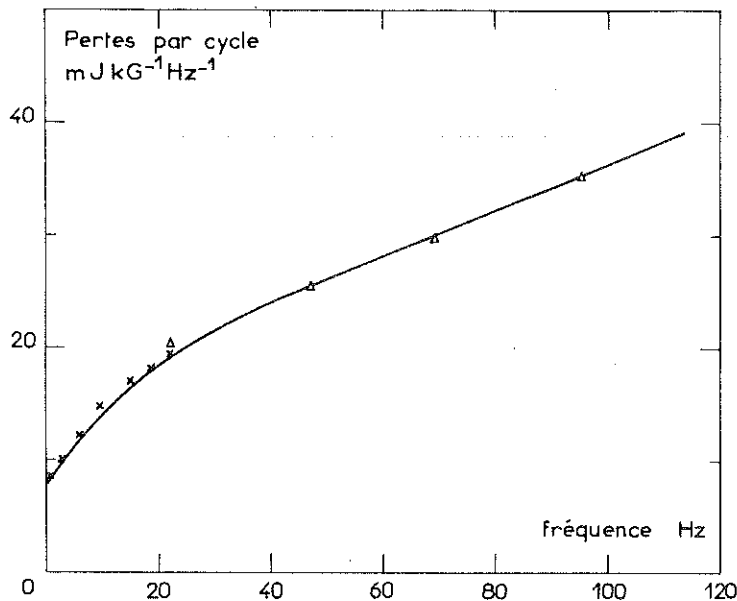


fig.19 Pertes par cycle en fonction de la fréquence dans un acier Goss pour $B_m = 1,6$ tesla (d'après¹⁵)

Avec ces restrictions et en admettant :

$$\sum \frac{1}{n} \cdot \coth \frac{n \pi l}{d} \approx \text{cte}$$

la variation linéaire des pertes avec l'épaisseur se vérifie fig.18 mais la variation des pertes avec la fréquence suit mal la théorie aux basses fréquences fig.19. Il n'y a cependant pas accord quantitatif avec l'expérience (voir fig.22).

III.2. LES PAROIS REELLES DANS UN CHAMP ALTERNATIF : CONSEQUENCES

La théorie des pertes telle que nous l'avons décrite ignore totalement le comportement réel des parois, nous allons essayer d'imaginer ce comportement et son incidence sur les pertes. Nous retiendrons deux cas qui nous semblent les plus importants pour décrire le mouvement des parois dans un champ alternatif.

III.2.a. Dans les champs faibles correspondant à une induction

$$B < \frac{B_s}{2}$$

On représente habituellement les parois de Bloch soumises à une réaction qui s'oppose à la pression motrice $2HJ_s \cos \theta$ (θ angle entre l'aimantation J_s et le champ H). Cette opposition d'après Néel varie de façon complexe et prend en général un profil particulier pour chaque paroi. Seules les parois dont $2HJ_s \cos \theta$ dépasse la valeur de l'opposition peuvent se déplacer. Pour un champ assez grand toutes les parois auront atteint cette valeur critique, mais pour des champs plus faibles cette condition n'est remplie que pour un petit nombre d'entre elles, et seules ces parois privilégiées contribueront à la variation de l'aimantation. Les photos fig.20 prises sur un échantillon soumis

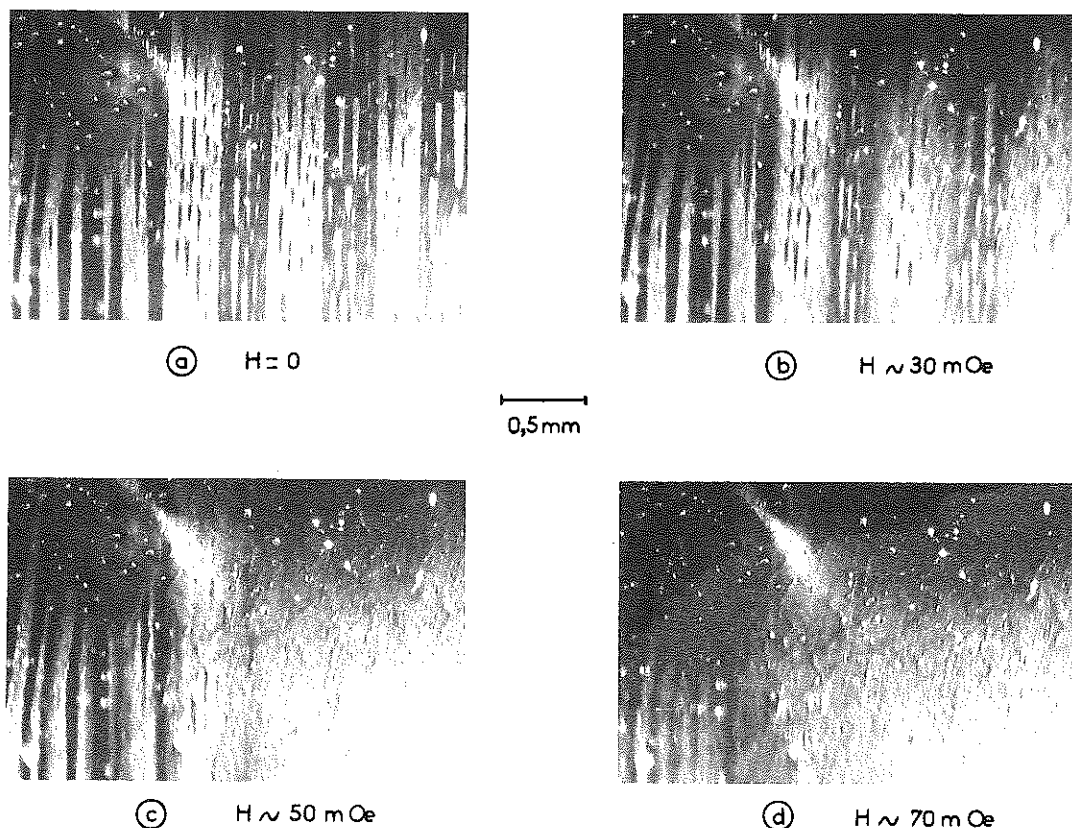


fig. 20 Parois en mouvement dans un acier Goss soumis à un champ alternatif 50 Hz (H = champ crête réel) voir texte

à un faible champ alternatif montrent dans le cas particulier d'un grain bien orienté adjacent à un grain mal orienté que toutes les parois ne sont pas en mouvement ; seules celles qui limitent les domaines flous se déplacent. Ceci signifie que la distance $2l$ entre deux parois actives a une valeur moyenne plus grande que celle admise et les pertes, dans l'hypothèse de la réversibilité du mouvement des parois, seront plus importantes que celles du modèle.

Pour décrire les écarts à la théorie on utilise souvent le facteur d'anomalie des pertes :

$$\eta = \frac{W}{W_h + W_c}$$

avec W pertes mesurées, W_h pertes par hystérésis, W_c pertes par courant de Foucault dans la théorie classique (47).

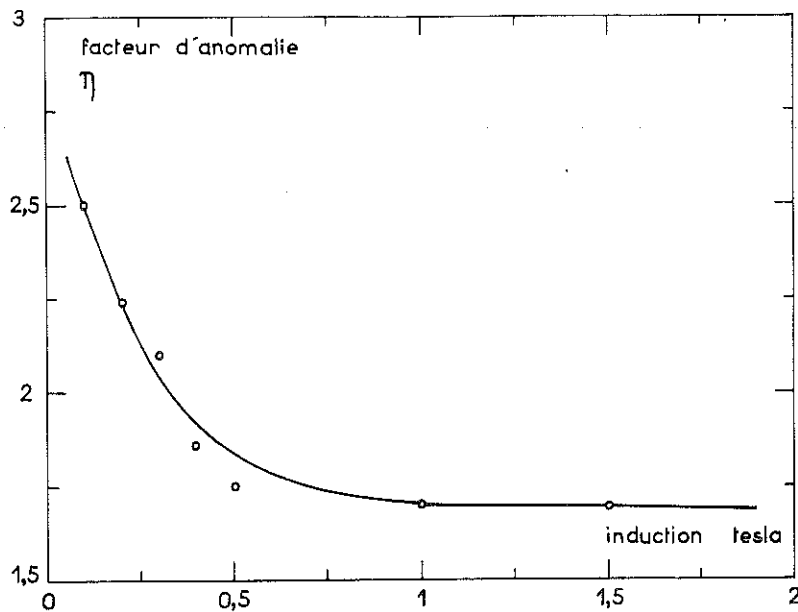


fig. 21 Facteur d'anomalie des pertes à différentes inductions pour un acier Goss.

Avec le schéma d'opposition ci-dessus η doit augmenter aux faibles inductions où quelques parois à 180° seulement contribuent à l'aimantation ; ce que vérifie l'expérience fig.21.

III.2.b. Champs moyens : $B > \frac{B_s}{2}$

La situation dans des champs susceptibles de déplacer les parois à 180° sur toute la largeur des domaines apparaît sensiblement différente. En effet quand deux parois à 180° se rejoignent elles peuvent s'annihiler. Brailsford¹⁶ a montré que ce processus d'annihilation et de création de parois dissipe dans l'échantillon une énergie non négligeable. De plus il est très probable que la création d'un domaine par formation et mouvement de deux parois soit aussi très irréversible. Il faut d'abord que des conditions locales se réalisent sur les moments magnétiques élémentaires (fluctuations, champ démagnétisant local...) dans un volume suffisant pour permettre la nucléation des domaines. Quand cette nucléation est réalisée c'est-à-dire quand la "surfusion magnétique" est rompue le domaine va tenter de restaurer l'équilibre du corps le plus rapidement possible. Il va donc croître très vite et engendrer localement une variation brusque et irréversible de flux qui conduit, nous le savons, à des pertes importantes.

Ce phénomène se reproduit évidemment partout dans les grains mais irrégulièrement et conduit chaque fois à une dissipation d'énergie. Ces pertes apparaissent ainsi liées aux processus d'aimantation dans les champs moyens et échappent à notre contrôle.

Il ne s'agit là que d'hypothèses car on a réussi seulement récemment à observer, sur la surface des échantillons, les parois en mouvement¹⁷. Il est apparu d'une part que le mouvement réel des parois correspondait à l'image classique de la paroi dans un milieu perturbé : mouvement discontinu avec excursions très dispersées dans leurs amplitudes, d'autre part que le nombre de parois d'un grain variait avec l'induction et la fréquence de travail. Haller et Kramer^{18 19} ont fait l'étude quantitative de ce phénomène et concluent que la largeur moyenne des domaines sur un monocristal à configuration de domaines en bandes varie en B^{-1} et $f^{-1/2}$ au-dessus d'un certain seuil de fréquence et d'induction. Ces auteurs interprètent leurs observations²⁰ comme la tendance normale du système à produire le minimum d'entropie dans l'état stationnaire. Ils en déduisent la largeur moyenne des domaines qui introduite dans (52) donne une relation que l'on peut confronter à l'expérience fig.22.

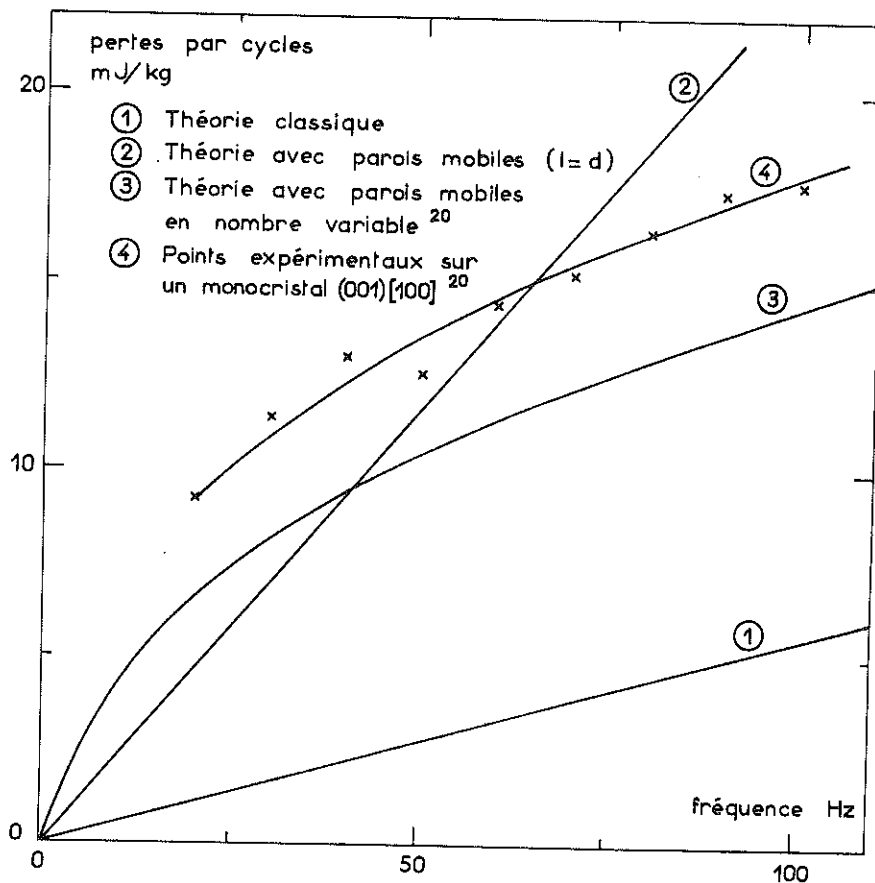


fig. 22 Pertes par cycle en fonction de la fréquence pour une induction de 1,5 tesla

III.3. ESTIMATION DE LA VARIATION DES PERTES AVEC LA TEXTURE DANS LES ACIERS GOSS SOUMIS A DES INDUCTIONS MOYENNES $0,8 < B_m < 1,6$ TESLA

Le modèle développé en III.1.b pour le calcul des pertes ignore l'hystérésis dynamique des matériaux mais permet cependant d'avoir une estimation des pertes aux fréquences industrielles. Nous allons l'étendre aux aciers réels pour obtenir une expression des pertes en fonction de la désorientation des grains.

Le choix de ce modèle suppose implicitement la constance des pertes par hystérésis dynamique quelle que soit la désorientation. Si on admet que la largeur des domaines principaux varie peu avec l'orientation, les pertes ne dépendent plus d'après (50) que de la vitesse de déplacement des parois. Pour déterminer les pertes à induction fixe dans un grain désorienté il suffit de connaître la nouvelle vitesse que doivent prendre ces parois pour assurer une induction totale égale à celle du cristal bien orienté.

Nous avons écrit la variation d'aimantation dans un cristal bien orienté $\Delta B = \sum_n 2 J_s \cdot v$ nous poserons de même dans un cristal mal orienté :

$\Delta B' = \sum_n 2 B_{10}^i (\theta\phi) v' \quad (55) \quad (v' \text{ vitesse des parois dans le grain désorienté}).$

Dans un cristal réel les parois à 180° se déplacent quand le champ atteint un certain champ seuil H_0 ¹¹.

Pour un champ $H > H_0$ supposons qu'il y ait une fraction de parois f en mouvement.

D'après la fig.23 qui représente une courbe d'aimantation idéalisée nous écrirons :

$$f = \alpha(H - H_0) \quad (56)$$

Dans un grain désorienté de θ et ϕ des parois semblables (toujours normales à la tôle et dans un grain de pureté etc... équivalente) percevront un champ $H' = H \cos\phi$ et la nouvelle fraction de parois en mouvement dans ce grain sera :

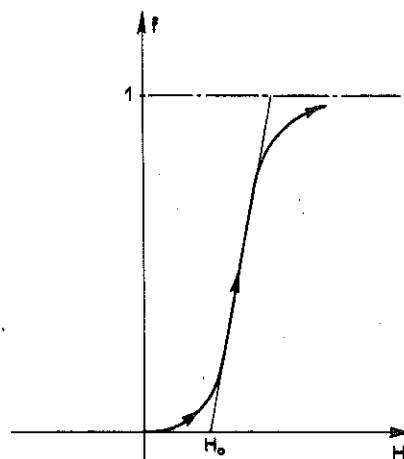


fig. 23 Fraction de parois en mouvement en fonction du champ appliqué.

$$f' \approx \alpha (H \cos \phi - H_0) \quad (57)$$

Nous poserons pour continuer le calcul $f' \approx f \cos \phi$.

Pour fournir la même excursion d'induction la vitesse v' s'écrit :

$$v' \approx \frac{J_s \cdot v}{B_{10}^i \cos \phi} \quad (58)$$

et l'augmentation relative des pertes dues à une désorientation du grain

$$\frac{w(\theta\phi)}{w_0} \approx \frac{1}{[B_{10}^i (\theta\phi) \cos \phi]^2} \quad (59)$$

La valeur moyenne dans tout l'échantillon vaut sur un domaine elliptique

$$\frac{\bar{w}(\theta\phi)}{w_0} \approx 1 + \frac{8\sqrt{2}}{3\pi} \theta + \frac{\theta^2}{4} + \frac{1}{2} \phi^2 + \dots \quad (60)$$

Les hypothèses que nous avons utilisées pour traduire l'effet de la désorientation limitent considérablement la validité des relations précédentes. Supposer que dans un grain désorienté la variation de flux est proportionnelle à $B_{10}^i(\theta\phi)$ c'est simplifier à l'extrême les processus d'aimantation. De même poser $f' = f \cos \phi$ est une approximation grossière qui n'est acceptable que sur un petit domaine d'induction par exemple : $0,4 J_s < B_m < 0,8 J_s$.

La vérification expérimentale de (60) est pénible car il faut sur un même échantillon déterminer la texture avec précision et mesurer les pertes. Nous avons exprimé $\bar{B}_{10}$ et $\bar{w}$ en fonction des paramètres θ et ϕ quelquefois pour simplifier θ seulement. Nous avons sous cette forme une représentation paramétrique des courbes :

$$\bar{w} = \bar{w}(\bar{B}_{10})$$

qui sont d'une vérification simple.

La fig.24 dont les points expérimentaux sont de Mc Carty et Coll²⁰ compare le calcul avec la réalité (la valeur W_0 a été déterminée avec $W_{1,5}^{50} = 0,82 \text{ w/kg}$ pour $\theta = \phi = 6^\circ$).

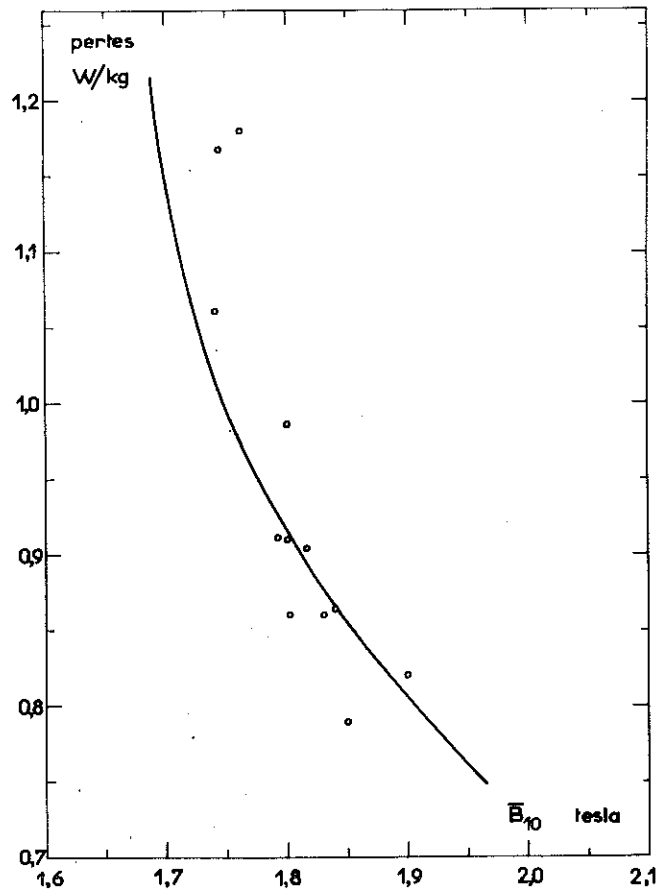


fig. 24 Pertes à 1,5 tesla et 50Hz en fonction de $\bar{B}_{10}$ pour des aciers Goss.

2ème PARTIE : PRINCIPES DE LA FABRICATION DES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

Nous avons jusqu'ici considéré les aciers texturés comme des assemblages de petits cristaux parfaits désorientés entre eux. Il est apparu que les propriétés moyennes de ces aciers dépendaient et de la désorientation et des caractéristiques propres de l'alliage. Nous allons envisager maintenant cette deuxième catégorie de facteurs en supposant la texture fixée. Nous serons naturellement entraînés vers les problèmes physico-chimiques que posent l'élaboration et le parachèvement des alliages.

CHAPITRE IV : LE CHOIX DES ALLIAGES

IV.1. LES CARACTERISTIQUES ELECTROMAGNETIQUES DES ALLIAGES DU FER

Dans la plupart de ses usages l'acier au silicium est employé comme conducteur de flux. Le matériau idéal est caractérisé dans cette fonction d'une part par le flux qu'il peut transporter, d'autre part par le rendement avec lequel il effectue ce transfert en régime dynamique. Il doit acquérir en régime alternatif l'aimantation maxima, sans perte d'énergie, dans le champ d'excitation le plus faible possible ; ce qui nécessite une aimantation à saturation et une résistivité électrique élevées.

Si nous choisissons comme matériau magnétique un corps anisotrope, il est indispensable que la direction de facile aimantation soit parallèle au champ d'excitation en tout point, ce qui n'est possible que sur un monocristal. On ne sait pas encore fabriquer de monocristaux de grande taille et les matériaux pour circuits magnétiques sont au mieux des produits texturés mais à texture imparfaite. Pour utiliser la plus grande partie de l'aimantation à saturation de ces produits leurs constantes magnétocristallines doivent rester faibles. Si on souhaite enfin avoir des tôles peu sensibles aux contraintes mécaniques accidentelles on devra abaisser les constantes magnétostrictives.

Finalement un matériau pour usage électrotechnique se caractérise pour le choix de ses éléments par quatre constantes : J_s l'aimantation à saturation, ρ la résistivité électrique, K les constantes d'anisotropie, λ les constantes de

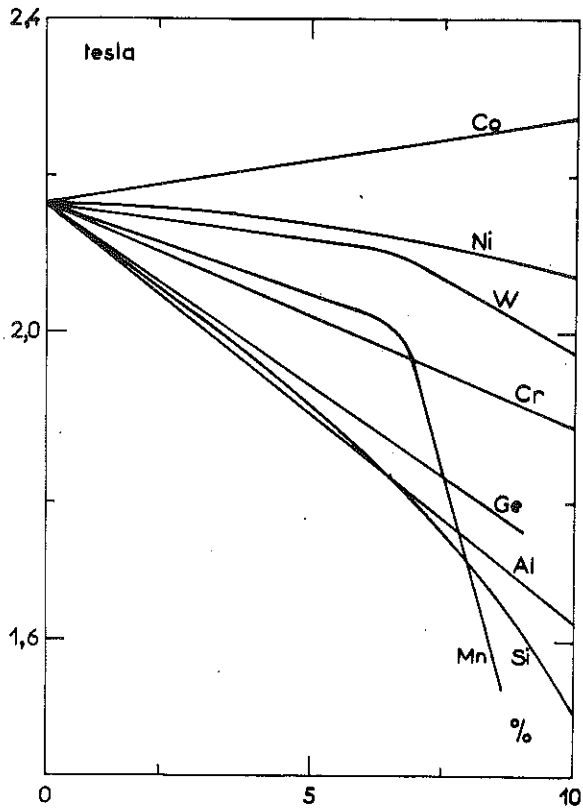


fig. 25 Aimantation à saturation J_s de quelques alliages de fer en fonction de la concentration pondérale.

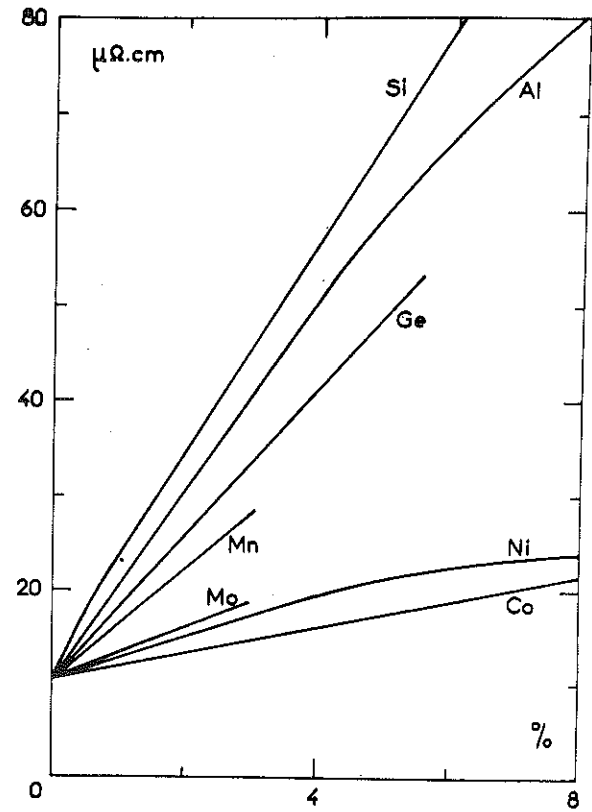


fig. 26 Résistivité électrique, à 20°C, de quelques alliages de fer en fonction de la concentration pondérale.

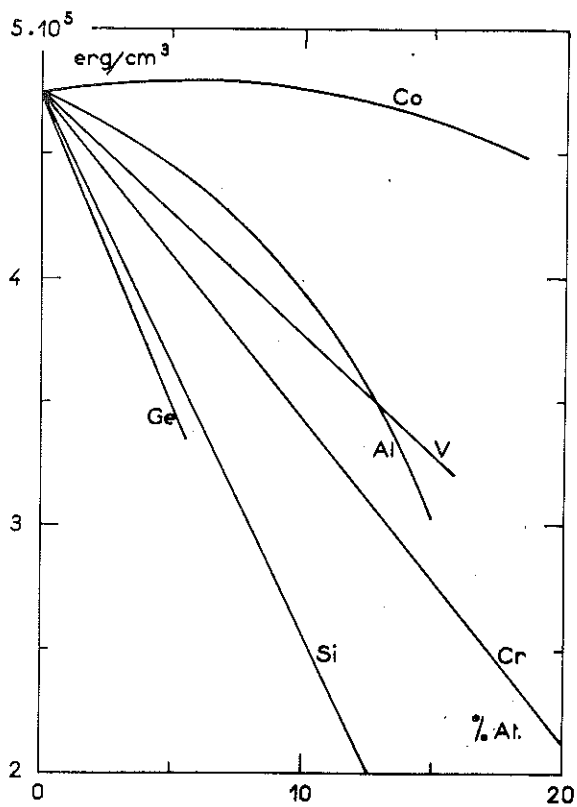


fig. 27 Première constante d'anisotropie K_1 de quelques alliages de fer en fonction de la concentration atomique.

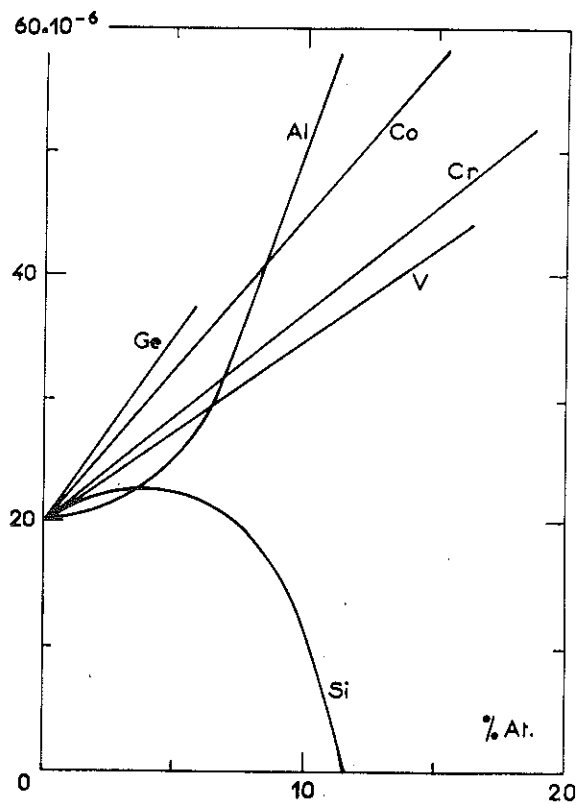


fig. 28 Magnétostriction à saturation λ_{100} de quelques alliages de fer en fonction de la concentration atomique.

magnétostriction. Deux sont fondamentales J_s et ρ . Ces constantes permettent aussi de décrire en première approximation l'hystérésis, imperfection majeure des matériaux doux.

Le fer est presque le corps idéal pour l'aimantation à saturation mais est très imparfait par ses trois autres constantes. Le rôle des éléments d'alliage consiste à rapprocher le fer des conditions idéales, mais l'addition d'un élément d'alliage agit sur toutes les caractéristiques en même temps puisqu'il modifie et l'environnement et la structure électronique du fer.

Les figures 25, 26, 27 et 28 montrent ²² ²³ le comportement des quatre constantes citées avec la composition pour différents alliages du fer. On notera l'évolution contradictoire de l'aimantation à saturation et de la résistivité pour les alliages les plus séduisants (FeSi, FeAl, FeNi, FeCo).

Les alliages binaires du fer avec un élément de transition ne suivent pas la loi d'additivité des résistivités de Mathiessen ; il en est de même des ternaires contenant au moins un élément de transition. Folley et Coll²⁴ ont exploité, sans succès, cette remarque pour rechercher des alliages ferromagnétiques à résistivité électrique élevée.

IV.2. LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES ALLIAGES DU FER

La situation, de très simple quand nous avons étudié la tôle théorique définie par sa texture et ses caractéristiques électromagnétiques devient inextricable quand on s'intéresse aux matériaux réels dotés de leurs imperfections d'élaboration. Nous allons examiner brièvement ces complications en distinguant pour simplifier les imperfections physiques (dislocations, joints de grains...) et les imperfections chimiques (impuretés, phases précipitées...). Cette division en fait est arbitraire puisque toutes ces imperfections ont des actions semblables sur le mouvement des parois de Bloch.

IV.2.a Les imperfections physiques

Les imperfections physiques sont les séquelles des traitements de mise en forme et des traitements thermiques. On met alors le plus grand soin dans les recuits de cristallisation et dans le choix d'alliages sans points de transformation.

Les transformations de phase sont probablement les plus redoutables. Non seulement elles peuvent laisser des phases non magnétiques incomplètement transformées et des réseaux de dislocation mais elles peuvent aussi modifier la

cristallisation ; les FeSiNi en fournissent l'illustration⁴³. Ces alliages à 4 % Si et 4 % Ni possèdent des caractéristiques magnétiques et mécaniques remarquables mais la transformation $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ qui se produit vers 850° interdit de les obtenir en texture de Goss. Ceci explique que les éléments d'addition gammagènes Ni, Co, Mn, ... soient en général exclus de la métallurgie des alliages magnétiques doux riches en fer.

IV.2.b. Les imperfections chimiques

On a relié depuis longtemps la pureté d'un alliage à ses propriétés magnétiques. Ce comportement est un cas spécifique à chaque alliage ; il dépend et des constituants et du mode d'élaboration. Nous nous limiterons ici au FeSi avec quelques références au FeAl.

Parmi les éléments résiduels d'un alliage c'est-à-dire les éléments qui n'ont pas été ajoutés volontairement il convient de distinguer les éléments stables en solution, principalement les éléments métalliques, des éléments instables (carbone, oxygène, soufre, phosphore ...). Alors que les premiers resteront en général en solution et ne modifieront que peu les caractéristiques magnétiques de l'alliage, les seconds formeront au cours des refroidissements des précipités dont on connaît le rôle. Evidemment les éléments électronégatifs précipitent sous forme de composés métalliques et le choix des éléments d'alliage peut s'avérer très important pour minimiser le rôle de ces impuretés.

L'addition de silicium au fer présente un excellent compromis : ses silicates précipitent facilement à l'élaboration, ses carbures et nitrures peu stables permettent l'élimination du carbone et de l'azote en phase solide sur les produits plats.

Pour l'aluminium la situation est sensiblement différente comme le montre le tableau IV.

ΔG_{298}°	C	N	O	S
Al	- 12	- 69,5	-126	- 66
Si	- 12	- 38	-98,5	-30,5

Tableau IV Enthalpies libres de formation des composés en Kcal/at.gr d'élément électro-négatif (d'après²⁵)

Jusqu'ici nous avons envisagé le rôle des impuretés sans tenir compte de la morphologie des précipités. C'est probablement négliger le point le plus important. Le rôle de la géométrie, de la répartition et de la taille des précipités a été souligné par Néel. Il existe de nombreux exemples de vérification, il suffit pour se persuader de l'importance de ces facteurs de se reporter à la fig.29 et à la micrographie fig.30. Malheureusement jusqu'à maintenant on a subi ces phénomènes plus qu'on ne les a exploités.

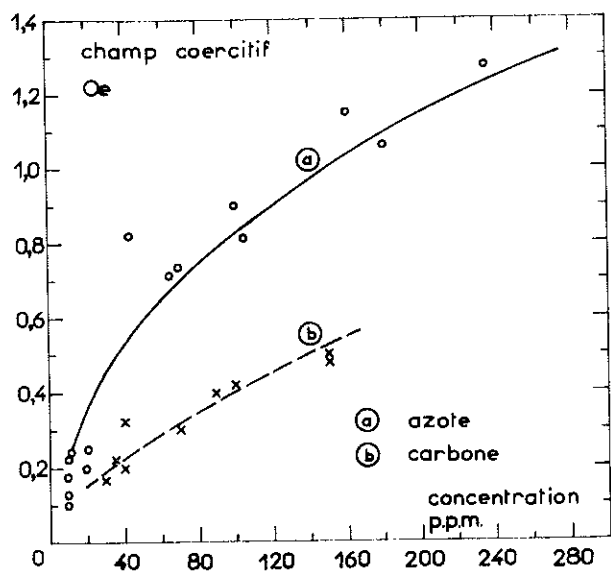


fig. 29 Champ coercitif en fonction de la nature et de la concentration de l'impureté dans un Fe Si 3% non orienté, d'après ²⁶

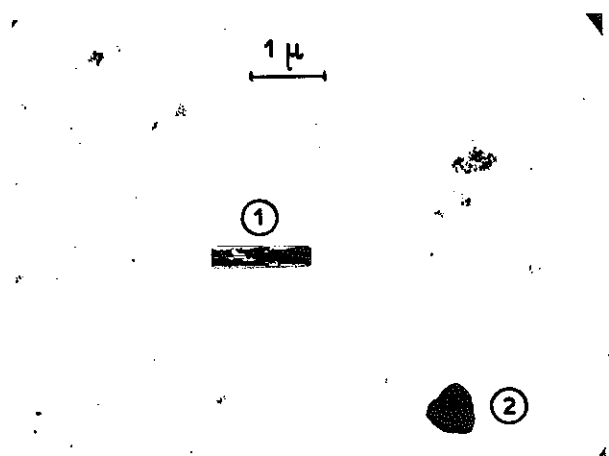


fig. 30 Forme des précipités suivant la nature de la phase précipitée dans FeAl 3%
 (1) Al N
 (2) Al₂O₃

CHAPITRE V : LA TEXTURE

La recristallisation du FeSi en texture soit Goss soit cubique est probablement sa propriété métallurgique la plus curieuse, mais aussi la plus mal comprise malgré la somme impressionnante de publications quelquefois divergentes qu'on lui a consacrées

V.1. LA RECRISTALLISATION EN TEXTURE GOSS DES ALLIAGES FeSi

Le FeSi n'a pas le privilège exclusif de recristalliser en texture (110) [001]. Les solutions solides α du fer avec l'aluminium le germanium ... donnent des textures de recristallisation (110) [001] très prononcées^{27 28}. Cependant on n'a pas obtenu aussi systématiquement sur ces alliages les propriétés magnétiques remarquables du FeSi. Ces résultats s'expliquent en partie par les possibilités de traitement fort différentes qu'ont les systèmes alliage-impuretés ; ces possibilités de traitement influencent de façon déterminante la recristallisation dont nous rappellerons les étapes essentielles.

V.1.a. La recristallisation secondaire

Lorsqu'on porte une solution solide fortement écrouie à une température convenable (par exemple $T = 0,5 T_f$, T_f température Kelvin de fusion) il se produit un réarrangement des défauts et création de nouveaux grains qui se développent jusqu'à envahir tout le métal écroui. Si on prolonge le traitement, certains grains primaires poursuivent leur croissance aux dépens des autres et on aboutit à un équilibre caractérisé par des grains hexagonaux d'un diamètre moyen d'environ 1 mm pour le FeSi. C'est la fin de la croissance primaire qui peut conduire quelquefois à une texture. C'est le cas des FeNi50-50 des FeAl et FeSiAl à 3 % d'élément d'alliage.

Une solution solide avec une seconde phase finement dispersée peut se comporter différemment. On assiste bien au chauffage à la recristallisation primaire du métal mais la croissance primaire n'a pas lieu. La phase dispersée stabilise les joints de grains et la macrostructure se compose de petits grains ($\phi \approx 0,01\text{mm}$).

Si on porte ensuite cet alliage à une température convenable, certains grains croissent très rapidement et envahissent toute la tôle. Ce phénomène nommé recristallisation secondaire est encore mal compris.

La recristallisation secondaire a été mise à profit dans les FeSi. La seconde phase inhibitrice de la croissance primaire peut être un oxyde, un nitrure, un carbure, un séléniure⁹, l'argent²⁸. L'exemple le plus classique est cependant le sulfure de manganèse dans le FeSi²⁹.

La tableau V donne un aperçu de l'effet global de la seconde phase sur la recristallisation d'un FeSi 3 %. Nous avons décrit dans ce tableau la texture par la valeur du grand maximum de la courbe de couple (cf I.4.c).

Nature du Fe Si	maximum de la courbe de couple: dyne . cm/cm ³	pertes à 15 tesla-50 Hz pour e = 0,35 mm W/kg
avec seconde phase	1,88.10 ⁵	0,95
sans seconde phase	0,9.10 ⁵	1,50
monocristal	2,05.10 ⁵	

Tableau V Effet de la seconde phase sur la recristallisation d'un Fe Si

Plusieurs travaux^{30 31 32} ont été consacrés au rôle de la solubilité, de la dispersion et de la taille des particules de seconde phase sur le taux de produit texturé. Ils permettent de justifier les variantes dans la fabrication des aciers Goss.

V.1.b. La recristallisation secondaire par inhibition préférentielle

Une modification intéressante de la recristallisation secondaire consiste à utiliser une seconde phase précipitée en plaquettes orientées dans la matrice³³³⁴³⁵. L'une des conséquences de cette orientation est que seuls certains grains peuvent croître car l'orientation de leurs joints de grains par rapport aux précipités n'entraîne qu'une faible inhibition de croissance. Cette méthode conduit en utilisant le nitrure d'aluminium AlN dans le FeSi 3 % à une texture plus marquée qu'avec MnS seul.

Cependant l'utilisation d'AlN risque d'entraîner quelques complications pour la purification du produit final. Le sulfure de manganèse s'élimine naturellement par diffusion et réaction avec l'hydrogène au cours du recuit final à 1200°C et c'est là un avantage important ; pour AlN il faut avoir recours à un revêtement actif.

L'élimination de la seconde phase, difficile à maîtriser, est pourtant fondamentale pour obtenir des propriétés magnétiques excellentes. Ainsi dans les FeAl et FeGe inhibés à l'argent on ne sait pas extraire l'argent en fin de traitement et ces alliages conduisent à des pertes médiocres malgré une bonne texture.

La fabrication des aciers Goss apparaît complexe et instable bien qu'elle mette en oeuvre des techniques très classiques. Un travail expérimental gigantesque a permis, sur le FeSi 3 %, d'en établir le cheminement. Mais de nombreux points restent inexpliqués et on subit encore certains phénomènes importants (largeur de la texture, taille et forme des grains ...).

V.2. LA RECRISTALLISATION EN TEXTURE CUBIQUE³⁶

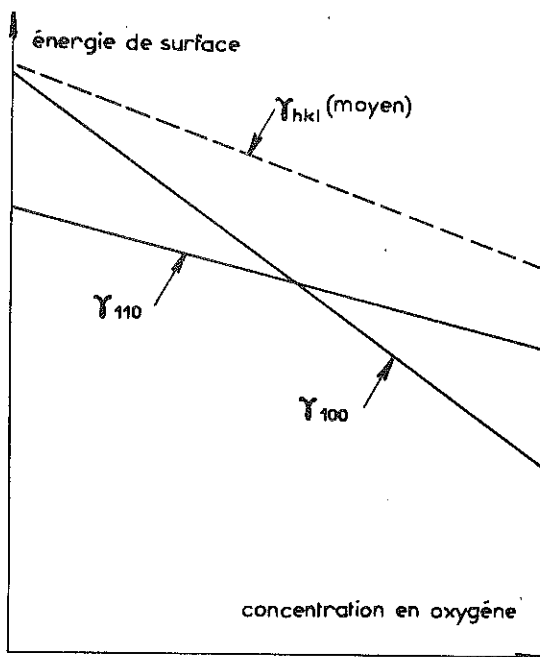


fig. 31 Variation de l'énergie de surface γ du FeSi avec la concentration en oxygène (Schéma) d'après³⁷.

Pour recristalliser le FeSi en texture cubique on met en oeuvre un phénomène et des alliages très différents. Les surfaces des cristaux ont une énergie superficielle variable suivant le plan cristallin qui les limite. La fig.31 schématise la situation dans le FeSi³⁷ et montre que dans certaines conditions des grains avec une surface libre (100) peuvent croître au détriment de tous les grains de surfaces libres d'indices différents. L'énergie mise en jeu dans un tel processus est très faible ($\approx 100 \text{ erg/cm}^2$) et il est nécessaire d'éliminer soigneusement tous les phénomènes pouvant inhiber la croissance. On utilise alors des alliages très purs réduits à une faible épaisseur, quelquefois polis.

La différence d'énergie superficielle entre les plans cristallins n'est pas suffisante pour provoquer la texture ; elle permet de sélectionner le plan (100) parallèle à la surface mais laisse la direction [001] libre dans le plan de la tôle.

Le plus souvent pour obtenir l'alignement des directions $[001]$ on lamine une tôle en texture Goss ; les composantes de la texture d'écrouissage conduisent par recristallisation à quelques grains $(100) [001]$. On favorise ensuite la croissance secondaire de ces grains par un choix judicieux de l'atmosphère de recuit (addition d'oxygène, H_2S ...)³⁸

Le résultat de ce procédé de fabrication se révèle excellent, la pureté du métal associé à la texture conduit à des propriétés magnétiques remarquables. Malheureusement ces aciers ne semblent guère avoir dépassé le stade du laboratoire^{36 38} et ne sont obtenus facilement qu'en faible épaisseur.

3ème PARTIE : L'ADDITION D'ELEMENTS D'ALLIAGES A UN FE-SI A L'ETAT SOLIDE

LES ACIERS GOSS FeSi + Al

Trois qualités nous sont apparues fondamentales pour un acier à usage électrotechnique : la texture, les constantes électromagnétiques et la pureté.

Nous avons noté la pauvreté de nos connaissances sur les phénomènes de recristallisation et c'est certainement ce qui explique la prudence avec laquelle on entreprend des travaux dans ce domaine malgré l'enjeu.

La pureté des produits a toujours été tributaire de la technologie du moment et on voit mal comment elle pourrait s'en libérer.

Enfin le monopole de l'alliage FeSi 3 % ne peut manquer de surprendre. En fait il s'agit d'une impasse technologique. Les FeSi plus concentrés en silicium ne se laminent pas à froid et ne peuvent conduire facilement à des produits texturés. La réactivité de l'aluminium rend la métallurgie des FeAl difficile et on s'interroge encore sur la possibilité d'obtenir une texture prononcée avec ces alliages.

Devant ces difficultés nous avons cherché à renverser la chronologie : nous donner d'abord la texture, modifier ensuite les propriétés électromagnétiques de l'alliage. Le but principal est d'accroître la résistivité pour abaisser les pertes, mais la variation d'autres caractéristiques électromagnétiques peut être aussi intéressante (baisse de l'anisotropie).

La méthode consiste à déposer sur un acier texturé un élément d'alliage convenable (Si ou Al) et à contrôler les propriétés électromagnétiques de cet acier par la diffusion en phase solide de l'élément ajouté. Ce traitement se présente comme un additif aux processus habituels de fabrication des aciers texturés et peut s'appliquer à tous les produits indépendamment de leur mode de fabrication ou de leur texture.

Ch. VI : L'ADDITION D'ELEMENTS D'ALLIAGE A L'ETAT SOLIDE, SES CONSEQUENCES

VI.1. PRINCIPE DU TRAITEMENT

La modification des propriétés électromagnétiques de l'alliage par dépôt et diffusion en phase solide d'un élément d'alliage impose de travailler sur des produits minces pour atteindre une fraction raisonnable de la plaque. Le traitement s'effectue sur les tôles dans leur épaisseur définitive de 0,35 mm.

Celles-ci sont plaquées sur chacune de leurs faces par une mince couche d'élément d'alliage (fig.32a). On soumet ensuite ces plaques composites à un recuit convenable. L'élément d'alliage déposé en surface diffuse vers l'intérieur de la matrice et en modifie les propriétés électromagnétiques. Les courbes de concentration en élément d'alliage dans une section droite des tôles après diffusion sont représentées schématiquement fig.32b .

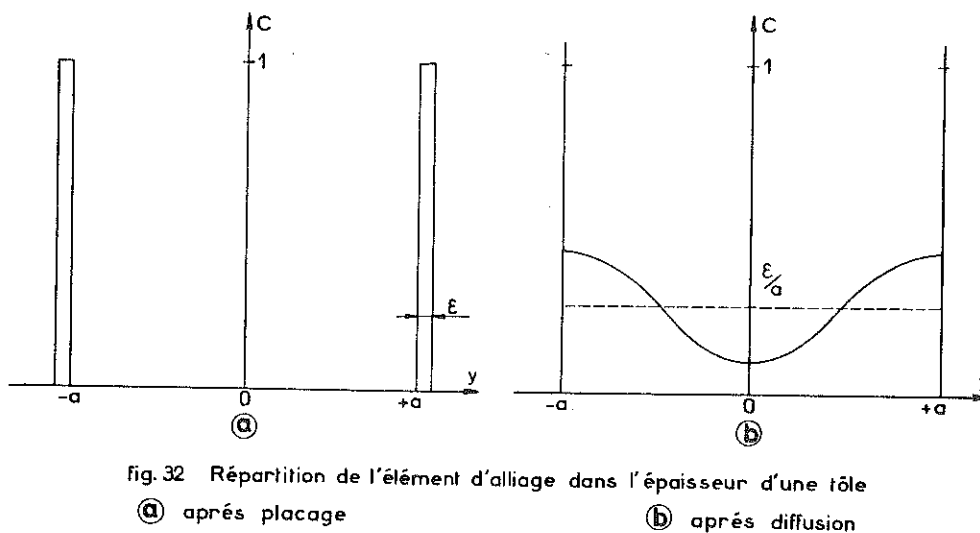


fig. 32 Répartition de l'élément d'alliage dans l'épaisseur d'une tôle

Ⓐ après placage

Ⓑ après diffusion

La résistivité de l'alliage, dans les faibles concentrations, est proportionnelle à la concentration de l'élément ajouté (fig.26) et suivra une

variation dans l'épaisseur de la tôle semblable à celle de la concentration, avec un maxima à la surface de la tôle où les courants induits sont les plus importants. Cette situation apparaît plus favorable qu'une répartition uniforme puisqu'elle diminue les pertes par courants de Foucault en surface où celles-ci sont maxima.

Existe-t-il une répartition de l'élément d'alliage qui minimise les pertes ? Cette répartition est-elle compatible du point de vue structural avec l'obtention d'un matériau magnétiquement doux ?

Pour répondre à ces questions nous chercherons les répartitions possibles de l'élément d'alliage puis estimerons la conséquence de celles-ci sur les pertes.

VI.2. REPARTITION DE L'ELEMENT D'ALLIAGE APRES DIFFUSION

Supposons une plaque d'épaisseur $2a$ recouverte d'un dépôt homogène ϵ petit devant $2a$ (fig.32). Après un recuit de diffusion d'une durée t la concentration en un point à la distance y du plan médian est une fonction de y et du temps t solution de l'équation de Fick à une dimension :

$$D \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (61)$$

D : Coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans la matrice

$C(y,t)$ doit satisfaire aux conditions aux limites suivantes :

$$\begin{aligned} - C(y,0) &= 1 && \text{pour} && -a \leq y \leq -a + \epsilon \\ C(y,0) &= 0 && \text{pour} && -a + \epsilon \leq y \leq a - \epsilon \\ - C(y,\infty) &= \frac{\epsilon}{a} && \text{quelque soit } x \end{aligned}$$

Ce problème est formellement identique à celui de la propagation de la chaleur dans une plaque et sa solution s'écrit³⁹ :

$$C(y,t) = C_{\infty} + \frac{1}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{4a^2} \cdot Dt\right) \cdot 2 \cos \frac{n\pi y}{2a} \int_{a-\epsilon}^a \cos \frac{n\pi}{2a} y \, dy \quad (62)$$

En posant $u = Dt$ et pour $\epsilon \ll 2a$

$$C(y,t) = \frac{\epsilon}{a} \left[1 + 2 \sum_{p=1}^{\infty} (-1)^p \cos \frac{p\pi y}{a} \exp \left(-p^2 \frac{\pi^2}{a^2} u \right) \right] \quad (63)$$

La fig.33 donne à titre d'exemple $C(y)$ pour quelques valeurs du paramètre u .

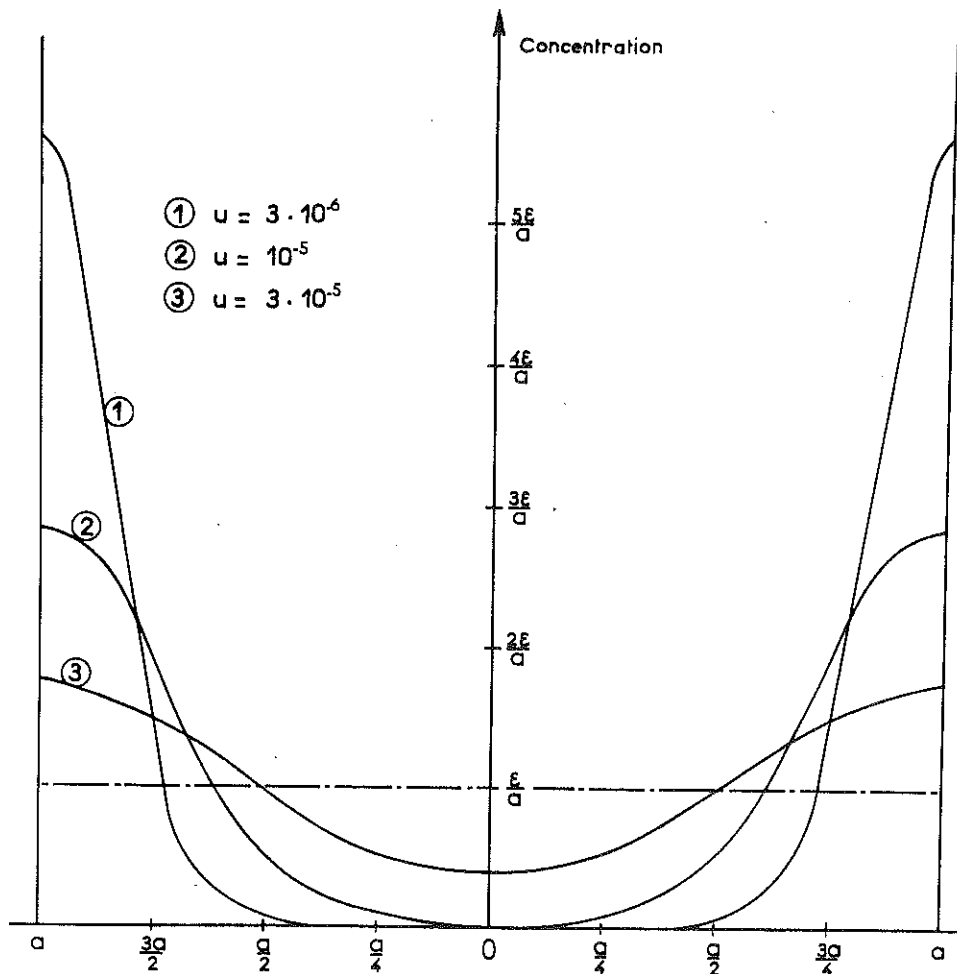


fig.33 Courbes concentration - distance pour quelques valeurs du paramètre $u = Dt$ dans une tôle plaquée sur ses deux faces

VI.3. CALCUL DES PERTES DANS UNE TOLE A CONCENTRATION VARIABLE

Les pertes dépendent, nous l'avons remarqué en première partie, non seulement de la résistivité de l'alliage mais aussi de la configuration des domaines, du nombre et de la nature des parois. Toute modification chimique ou

mécanique de la matière entraînera évidemment une évolution des pertes due et à la variation de la résistivité et à la modification éventuelle des domaines. Nous allons estimer cette évolution au cours de l'enrichissement progressif, à l'état solide, par un élément d'alliage.

L'enrichissement superficiel en élément d'alliage même s'il n'amène qu'un accroissement local de la concentration de quelques pour cent risque de perturber assez sérieusement l'état structural du métal au moins sur une faible épaisseur. Il est assez peu probable que la configuration simple des domaines en bandes soit maintenue. Dans ces conditions, pour estimer les variations de pertes par courant de Foucault créées par l'enrichissement superficiel, le schéma des parois en mouvement se trouve inutilisable.

La théorie classique bien qu'insuffisante peut conduire à une première estimation surtout si on ne s'intéresse qu'aux variations relatives des pertes. Le calcul se développe suivant la méthode citée en III.1.a. On suppose de plus que la variation de concentration n'amène qu'une variation négligeable de l'induction à saturation.

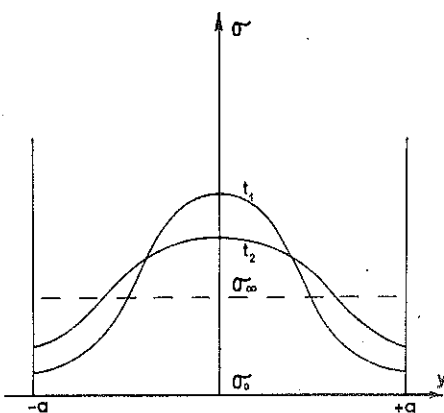


fig. 34 Conductivité électrique d'une plaque enrichie en élément d'alliage par la surface en fonction de l'épaisseur.

Le champ électromoteur garde la forme $E = - \frac{dB}{dt} y$ mais la conductivité $\sigma = \frac{1}{\rho}$ dépend de la cote y puisque ρ dépend de la concentration.

Pour des teneurs en silicium ou aluminium inférieures à 7 % l'allure des courbes

$$\sigma(y, t) = \frac{1}{\rho_{293} + \Delta\rho \cdot C(y, t)} \quad (64) \text{ est donnée fig. 34}$$

L'expression de $C(y, t)$ ou de $\sigma(y, t)$ se prête mal au calcul et il est plus commode de remplacer $\sigma(y, t_n)$ par un polynôme en y pour chaque valeur du temps de diffusion c'est-à-dire pour chaque répartition de l'élément d'alliage.

Nous avons employé pour cette approximation une méthode classique⁴⁰. Le tableau VI montre un exemple de représentation utilisant la variable réduite $Y = \frac{y}{a}$ pour $\frac{\Delta\rho}{\rho} = 1\%$ (accroissement moyen total de 1 % en élément d'alliage).

$u = Dt$	$\sigma(Y, t_n)$
$6 \cdot 10^{-6}$	$2,115 \cdot 10^6 (1 - 0,979 Y + 6,82 Y^2 + 13,4 Y^3 + 7,09 Y^4)$
$3 \cdot 10^{-5}$	$1,984 \cdot 10^6 (1 + 0,025 Y - 0,944 Y^2 + 0,869 Y^3 - 0,19 Y^4)$

Tableau VI Exemple de polynômes d'approximation de $\sigma(Y, t_n)$

Les pertes par courant de Foucault dans la tôle à répartition inhomogène de l'alliage s'écrivent :

$$W_2 = 2 \sigma_0 \left(\frac{dB}{dt} \right)^2 \int_0^1 (1 + \alpha Y + \beta Y^2 + \dots) Y^2 dY \quad (65)$$

alors que dans un alliage homogène on écrit avec la variable réduite Y

$$W_1 = 2 \sigma_0 \left(\frac{dB}{dt} \right)^2 \int_0^1 Y^2 dY \quad (66)$$

La comparaison de ces deux intégrales pour différentes valeurs du paramètre de diffusion permet d'estimer l'amélioration relative des pertes par courant de Foucault et finalement d'obtenir, à une température de traitement donnée, l'évolution des pertes en fonction des durées de recuit. La fig.35 montre le résultat de ces calculs dans le cas d'enrichissements en aluminium allant de 0,5 à 1,5 % en poids, où on note la possibilité d'obtenir une baisse substantielle des pertes (jusqu'à 40 % pour un enrichissement en Al de 1,5 %).

Il faut cependant se souvenir que le calcul que nous avons développé ne s'applique qu'à partir du moment où la diffusion de l'élément ajouté se fait dans une matrice peu concentrée ; la résistivité est alors une fonction linéaire de la concentration et la variation d'aimantation à saturation avec la concentration faible.

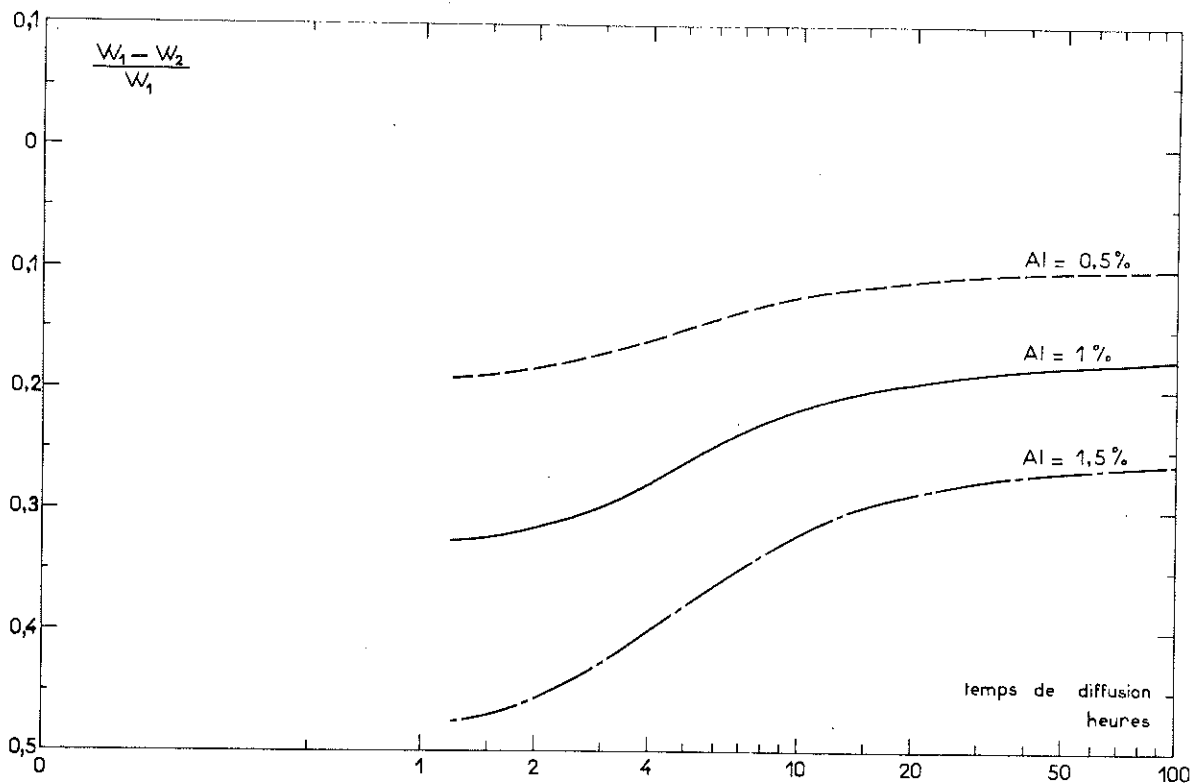


fig. 35 Variation relative des pertes avec le temps de diffusion à 900° C.

VI.4. LE COMPORTEMENT DES PLAQUES COMPOSITES AU DEBUT DES TRAITEMENTS DE DIFFUSION

Les estimations que nous avons faites représentent ce qu'il y a de plus optimiste. La répartition inhomogène de l'aluminium, au moins dans les premiers stades du traitement, donne à l'alliage une hétérogénéité chimique qui favorise la diminution des courants de Foucault mais risque de présenter quelques complications sur les matériaux réels.

Revenons à l'évolution des constantes du FeSi additionné d'aluminium fig.25-26-27 et 28

- L'aimantation à saturation J_s et la constante d'anisotropie K_1 décroissent lentement
- Le paramètre cristallin a , croît ainsi que la magnétostriction λ_{100}

La baisse de l'aimantation à saturation et de l'anisotropie vers la surface de la tôle contribuent certainement à diminuer les effets magnétostatiques de surface. C'est en définitive un effet du type μ^* qui dilue les charges dans l'épaisseur de la tôle ; il est dû à la baisse et de K_1 et de J_s . Il devrait être favorable surtout dans les grains peu désorientés.

L'effet de taille des atomes d'aluminium plus gros en solution dans le fer que ceux du silicium apparaît moins heureux. L'accroissement du paramètre cristallin conduit probablement dans la couche superficielle à des dislocations et des champs de contraintes. L'effet de ces contraintes sur les propriétés magnétiques n'est cependant pas commode à estimer car on imagine difficilement leur répartition.

Le cas d'une tôle réelle avec sa rugosité superficielle due aux rayures de laminage est encore pire. Les dépôts d'aluminium épousent la surface et les courbes isoconcentration dans les premières phases de la diffusion suivent sa rugosité.

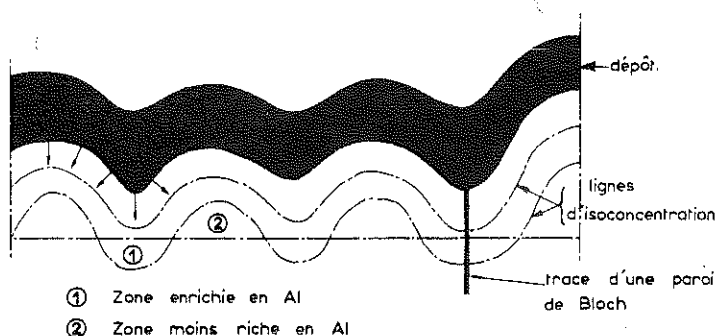


fig. 36 Diffusion dans une tôle à surface rugueuse (schéma)

La fig.36 donne une image idéalisée de la situation et montre qu'il pourra se produire vers la surface, dans le sens de propagation des parois, des zones enrichies en aluminium avec un paramètre cristallin plus grand, nous dirons dilatées et d'autres comprimées. Cette inhomogénéité alternée de la concentration

en aluminium s'amortira évidemment au cours de la diffusion. Cependant dans les premiers stades du traitement elle peut contribuer à une modification importante de l'énergie magnétostatique et de l'énergie magnétoélastique conduisant à une complication locale des domaines et à une plus faible mobilité des parois.

Il apparaît finalement que les estimations faites sur l'évolution des pertes ne peuvent prendre un sens que dans un alliage où le gradient de concentration laisse la zone superficielle de la tôle peu perturbée. Dans les premières phases de la diffusion la situation apparaît tellement complexe qu'on ne peut que s'en remettre à l'expérience pour l'étudier même sommairement.

Ch. VII : PREPARATION ET TRAITEMENT DES ECHANTILLONS

L'addition d'un élément d'alliage par la surface à une tôle d'acier au silicium est une opération très voisine du revêtement métallique des surfaces ou de la cémentation. Il en diffère cependant dans son objectif. Il se trouve alors que les éléments les plus intéressants pour modifier les propriétés électromagnétiques des aciers au silicium n'ont été que peu utilisés ailleurs.

Cette situation nous a conduits à envisager la préparation d'alliages enrichis par la surface avec du silicium ou de l'aluminium. Nous ne traiterons ici que des aciers enrichis par l'aluminium. Les aciers enrichis au silicium s'élaborent par réduction sur l'acier d'un composé chloré du silicium^{41 42}.

VII.1. MATERIAU DE DEPART

Le processus de fabrication de l'acier en texture Goss comprend une série assez complexe d'opérations. Le tableau ci-dessous les résume et permet de situer l'aluminisation dans cette chronologie.

1	Elaboration de l'alliage FeSi à 3,2 % de Silicium.
2	Laminage à chaud, puis à froid en tôle de 0,35mm d'épaisseur.
3	Décarburation par une phase vapeur $H_2 - H_2O$.
4	Recuit final à 1150° C.

Tableau VII Schéma de fabrication des aciers FeSi en texture Goss.

On note que l'enrichissement en élément d'alliage de la tôle à son épaisseur finale de 0,35 mm peut s'envisager avant ou après le recuit final. Ce sera les deux volets de l'aluminisation qui n'ont en commun que la technologie de préparation.

Les tôles que nous utilisons dans nos expériences se présentent sous un aspect semblable dans les deux cas. Ce sont des tôles industrielles de 0,35 mm d'épaisseur généralement en bandes de 30 x 280 mm² (bande Epstein) ; leur composition

nominale est 3,2 % Si avec très peu d'impuretés. Elles nous sont fournies brutes d'usine et nécessitent un décapage soigné avant le dépôt d'aluminium. Ce décapage s'effectue dans des bains nitrofluorhydriques concentrés chauffés vers 50°C. Nous nous appliquons en général à obtenir une surface de métal propre et brillante.

VII.2. L'ALUMINISATION

Les dépôts que nous avons envisagés correspondent grossièrement à un enrichissement moyen de la tôle de 0,5 % à 1,5 % en poids d'élément d'alliage.

VII.2.a L'Aluminisation par évaporation sous vide

L'aluminisation par évaporation sous vide constitue la méthode la plus attrayante pour réaliser des dépôts propres sur un support métallique. Nous avons à résoudre deux problèmes inhabituels lorsqu'on utilise ces méthodes :

- évaporation sur une grande surface : 12 bandes de 3 x 28 cm
- épaisseur importante des dépôts pouvant aller jusqu'à 10 voire 20µm d'aluminium

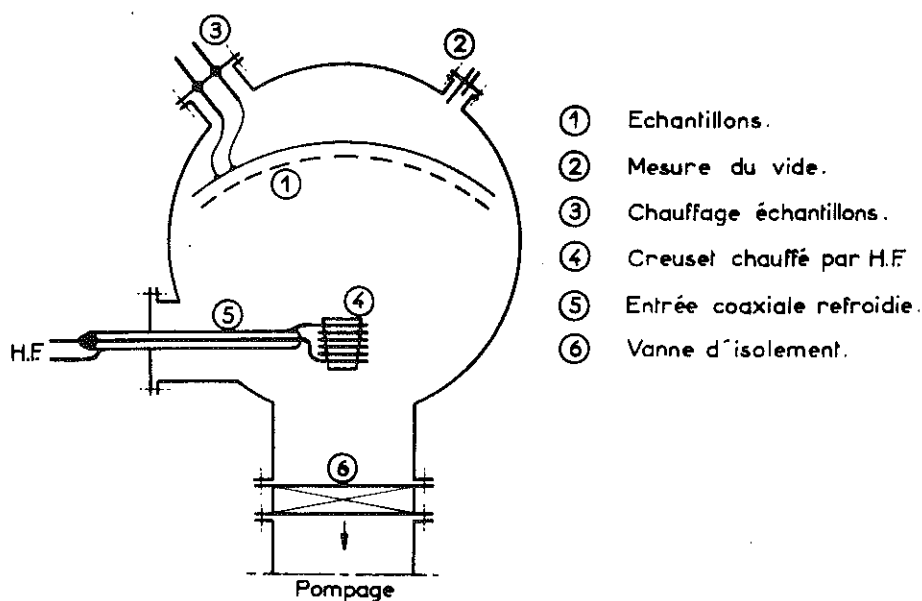


fig. 37 Evaporation sous vide.

La fig.37 donne un schéma d'ensemble de l'appareil. Il comprend :

- une enceinte cylindrique de 200 litres avec un groupe de pompage et de mesure du vide
- une voûte éventuellement chauffée sous laquelle les tôles en traitement sont maintenues par l'intermédiaire d'aimants

- un creuset en alumine de grande surface chauffé par haute fréquence et rempli au tiers d'aluminium

Le contrôle de la quantité déposée s'effectue par pesée ; un deuxième contrôle de la teneur en aluminium se fait en fin de traitement par analyse chimique.

Le plus grave reproche que l'on puisse faire à ce système est l'irrégularité des dépôts suivant la position des tôles, mais cette imperfection est inhérente à la taille des échantillons nécessaires pour les mesures.

VII.2.b. Aluminisation par feuille

Nous avons parfois utilisé une méthode très simple d'aluminisation dont le résultat paradoxal mérite d'être cité. Cette méthode consiste à faire des empilements alternés de plaques de FeSi et de feuilles d'aluminium d'épaisseur convenable, et, à recuire à une température inférieure à 950°C. L'aluminium passant à l'état liquide on s'attend à la soudure des plaques de FeSi. Il n'en est rien. La fine pellicule d'alumine (20 à 100Å) située sur le clinquant d'aluminium évite le collage et laisse cependant passer l'aluminium en se craquelant.

VII.3. LES RECUITS DE DIFFUSION

C'est un traitement thermique classique à des températures comprises entre 900° et 1150°C au cours duquel l'aluminium se répartit dans la matrice de FeSi. Ces opérations s'effectuent sous hydrogène ou sous vide dans des fours à enceinte en acier réfractaire. Nos fours sont équipés de dispositifs d'extraction et permettent des cycles très variés avec maintien des échantillons sous atmosphère protectrice : hydrogène le plus souvent.

Un soin particulier est apporté à la purification de l'hydrogène. Elle s'effectue soit sur zéolithe à la température de l'azote liquide soit par diffusion à travers des membranes d'alliage au palladium. Cette dernière méthode nous est apparue la plus fiable.

Ch. VIII : LES MESURES EN COURANT ALTERNATIF : PERTES ET MAGNETOSTRICTION APPARENTE

Les mesures en courant continu (champ coercitif, courbe d'aimantation) présentent moins d'intérêt pour les aciers à usage électrotechnique que les mesures en courant alternatif. Bien que nous les ayons utilisées couramment comme moyen d'étude nous ne les décrirons pas ; leur pratique étant classique. Nous développerons seulement ici deux méthodes pour la mesure des pertes et de la magnétostriction sur des échantillons de petite taille.

VIII.1. LES PERTES

La mesure des pertes est un problème bien connu des électrotechniciens. Cependant la façon dont elle s'effectue par la méthode classique du cadre Epstein est incompatible avec l'étude des matériaux au laboratoire. Dans une première étape, nous avons adapté cette méthode pour un échantillon de 12 bandes 30x280 mm², ensuite nous avons abandonné le cadre Epstein pour ne mesurer que sur une bande.

VIII.1.a. Epstein modifié

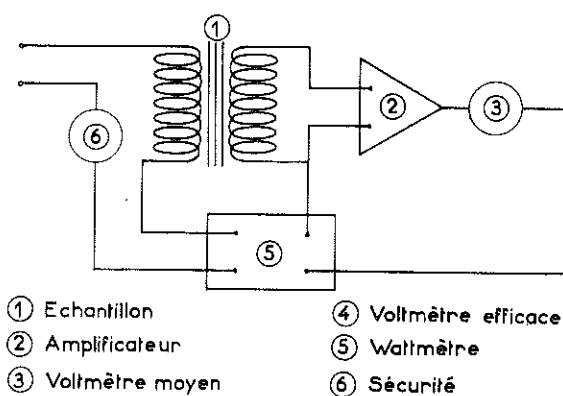


fig. 38 Mesure des Pertes : Principe

La méthode Epstein consiste à réaliser avec les bandes à mesurer la culasse d'un transformateur. La mesure de la puissance active $P_a = VI \cos \phi$ du transformateur fonctionnant à vide donne la puissance perdue dans la culasse et le cuivre. La puissance dissipée dans le cuivre et les appareils de mesure peut être limitée à celle du circuit secondaire avec le schéma de la fig.38

L'étude critique de la mesure des pertes au wattmètre permet de définir plusieurs points à surveiller dans la mesure sur de faibles quantités de matière.

Ils se résument ainsi :

- Impédance du circuit d'alimentation aussi faible que possible
- Coefficient de remplissage des bobinages primaires maximum
- Consommation au secondaire du cadre négligeable devant les pertes du fer
- Remplissage maximum des bobines du cadre par la matière à mesurer.

L'application de ces règles nous a conduits à réaliser un cadre Epstein capable de mesurer un échantillon de 12 bandes. Le cadre est complété par un circuit de mesure à amplificateur fig.38.

VIII.1.b. "Cadre une bande"

Le cadre Epstein présente dans sa construction un avantage considérable : la matrice sur laquelle on mesure les pertes constitue un circuit fermé presque idéal. C'est en somme une version facilement démontable du tore. Les problèmes de fermeture du flux et de distorsion des ondes se trouvent alors résolus dans la plupart des cas.

Dès que l'on envisage de mesurer les pertes sur une seule bande, on est contraint de fermer le circuit par des culasses auxiliaires, sinon deux points capitaux dans la mesure des pertes ne se trouvent plus respectés :

- Uniformité de l'induction dans la tôle
- Variation sinusoïdale de l'induction

Cependant la fermeture du circuit par une matière auxiliaire amène deux complications. D'abord les pertes enregistrées par le wattmètre représentent la somme des pertes de tout le circuit magnétique et il faut en extraire les pertes réelles de l'échantillon en estimant les pertes des circuits de fermeture. Ensuite il est nécessaire de déterminer la longueur de matière à considérer effectivement car la fermeture du circuit s'effectue par recouvrement de la tôle en expérience avec le circuit de fermeture.

L'appareil que nous avons construit fig.39 tente de concilier ces difficultés. C'est essentiellement un transformateur dont la bande à mesurer constitue le noyau. La fermeture du flux est assurée par deux culasses en Fe-Si à grains orientés avec la direction de laminage parallèle à celle de la tôle à

mesurer. Ces culasses soigneusement mises en forme travaillent à très basse induction avec des pertes faibles (20 % des pertes totales). Les alimentations et instruments de mesure se branchent suivant le schéma de la fig.38

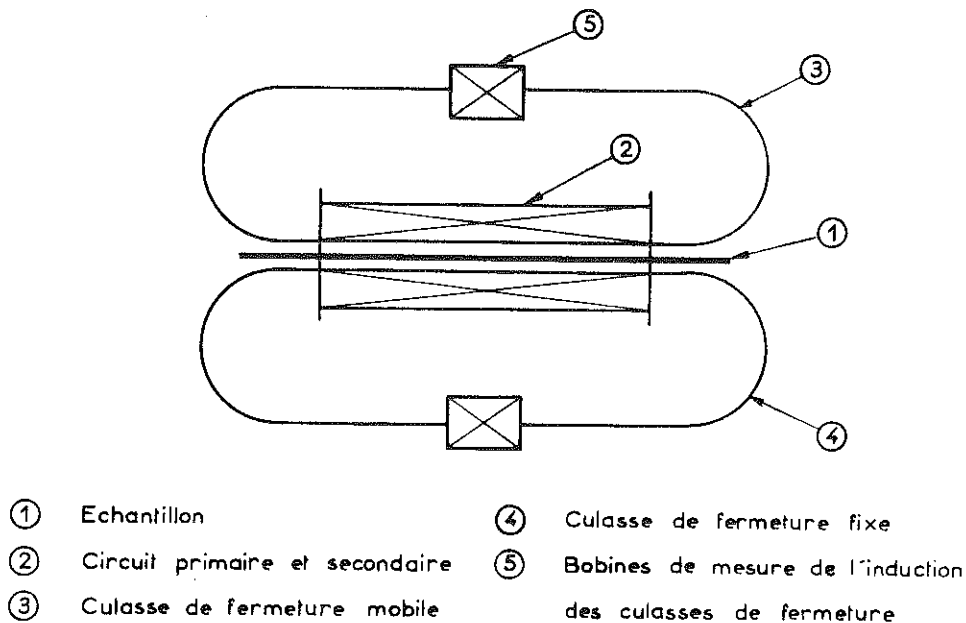


fig. 39 Schéma de principe du "Cadre une bande"

Les culasses de fermeture du flux consomment une partie de la puissance totale mesurée au wattmètre. Pour déterminer cette correction on mesure l'induction de travail des circuits de fermeture par un système bobine-voltmètre. Une courbe pertes du circuit de fermeture en fonction de l'induction, établie avant montage, permet de trouver la valeur de la correction.

L'étalonnage de l'appareil se fait par comparaison avec l'Epstein classique lui-même étalonné sur le tore. On sélectionne un lot de 24 bandes aussi identiques que possible (épaisseur, poids ...) on mesure les pertes de ce lot au cadre Epstein. On mesure ensuite individuellement les pertes de chaque bande au "cadre une bande" et on compare la valeur moyenne de ces 24 mesures à la valeur obtenue au cadre Epstein.

Une façon commode de traduire cette comparaison consiste à déterminer une masse active m_a telle que : $m_a = K m_t$ (m_t : masse totale) qui tient compte du recouvrement de l'échantillon par les circuits de fermeture.

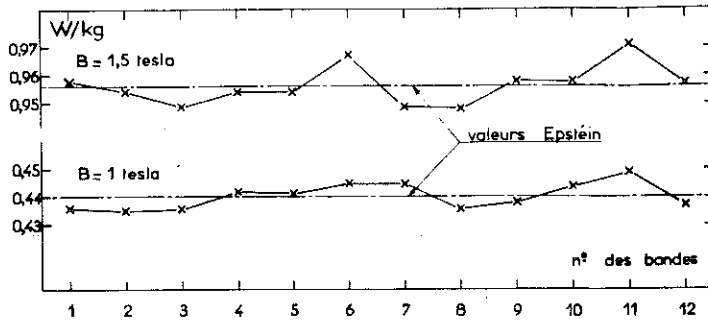


fig. 40 Comparaison de mesures au "cadre une bande" et à l'Epstein.

mesurées (quelques milliwatts à $\cos \phi = 10^{-2}$) les mesures sont reproductibles au pour cent près.

VIII.2. LA MAGNETOSTRICTION APPARENTE

VIII.2.a. Intérêt de la mesure

Nous avons noté en II.3.b que la magnétostriction apparente était essentiellement produite par les domaines à 90° . Réciproquement la mesure de la magnétostriction apparente donne accès à une estimation de la fraction de volume occupée par les domaines à 90° dans un échantillon. Cette mesure présente un certain intérêt pour suivre les complications de structures magnétiques qui peuvent apparaître au cours des traitements. Nos expériences d'aluminisation en fourniront l'illustration.

La relation (37) permet d'écrire dans chaque grain Goss désorienté de θ et ϕ

$$\left(\frac{\Delta L}{L}\right)^1 = \frac{3}{2} \cdot x \cdot \lambda_{100} (\cos^2 \theta - \frac{1}{2} \sin^2 \theta) \cos^2 \phi \quad (68)$$

Pour une tôle avec une certaine distribution des grains la magnétostriction apparente moyenne peut s'écrire sous la forme condensée

$$\overline{\left(\frac{\Delta L}{L}\right)} = \frac{3}{2} \lambda_{100} \cdot K_{\theta\phi} \cdot x \quad (69) \text{ où } K_{\theta\phi} \text{ est une constante pour un échantillon donné et } x \text{ la fraction de volume des domaines à } 90^\circ.$$

VIII.2.b. Appareillage de mesure

Les systèmes à jauges de contrainte constituent probablement la meilleure méthode pour mesurer des variations dimensionnelles de l'ordre du millionième. Ces méthodes ne sont malheureusement pas utilisables pour suivre l'évolution de la magné-

tostriction au cours de traitements thermiques successifs. Nous nous sommes tournés vers une méthode qui n'altère pas l'échantillon, proposée par Neurath⁴⁵. Elle consiste :

- d'une part à prendre une tête de lecture piézoélectrique pour convertir les déplacements en un signal électrique mesurable
- d'autre part à amortir les vibrations parasites de la tôle par un film d'huile.

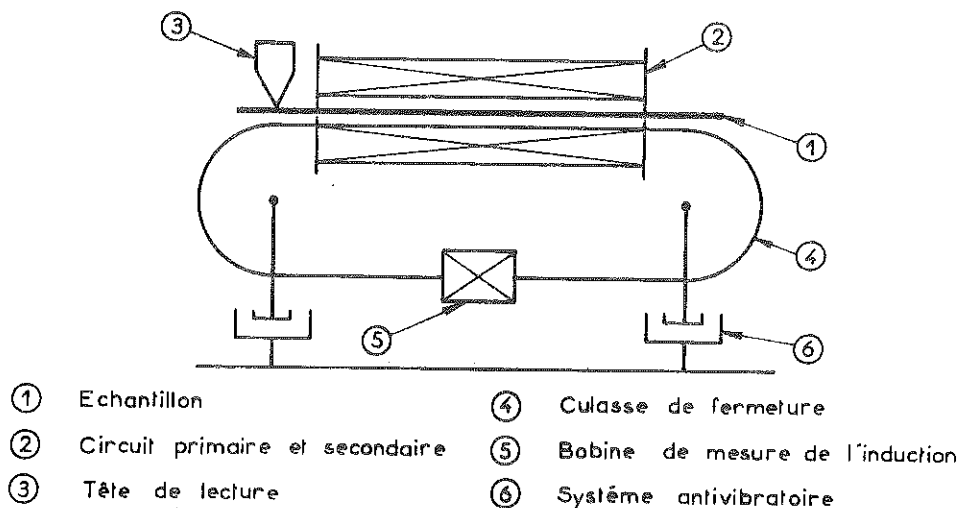


fig. 41 Mesure de la magnétostriction. Schéma de l'appareil.

Notre dispositif expérimental comprend trois parties fig.41

- un système antivibratoire supportant l'appareillage
- un circuit d'excitation de la tôle fermé par une culasse semblable à celle du cadre une bande
- un circuit de mesure constitué d'une cellule piézoélectrique portée par un bras de pick-up.

La cellule est raccordée à un oscillographe à entrées bas niveau pour la mesure. Nous effectuons le balayage de l'oscillographe par l'induction de la tôle ce qui nous permet d'enregistrer simultanément le cycle magnétostrictif et le cycle d'hystérésis fig.43

L'étalonnage de l'appareil se fait par comparaison avec le signal d'une jauge de contrainte dont on connaît parfaitement la relation résistance-longueur. On sélectionne des tôles de magnétostriction apparente croissante sur lesquelles on place une jauge de contrainte. Ces tôles sont ensuite mises en expérience dans le dispositif et on enregistre le signal étalon donné par la jauge et le signal de la cellule piézoélectrique pour différentes inductions alternatives c'est-à-dire différentes magnétostrictions apparentes.

La mesure du signal alternatif de déséquilibre du pont préalablement équilibré en courant continu est faite par détection synchrone pour s'affranchir des parasites électriques.

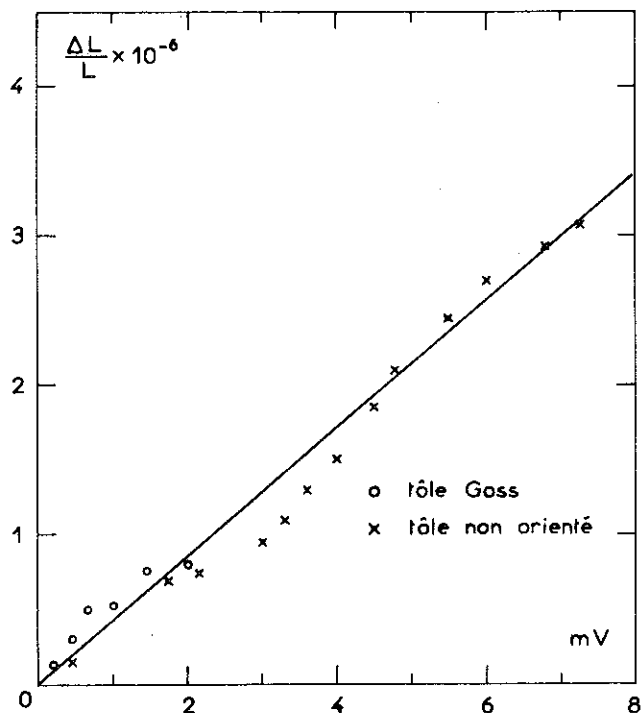


fig. 42 Courbe d'étalonnage du système de mesure de la magnétostriction.

La fig.42 donne le résultat de cet étalonnage. Les mesures bien que simples en apparence nécessitent une certaine prudence en raison des parasites qui peuvent troubler les mesures.

- Parasites électriques inévitables avec les faibles signaux donnés par la tête piézoélectrique.
- Parasites mécaniques : vibrations mécaniques et acoustiques
- Parasites dus aux échantillons. S'ils ne sont pas parfaitement plats, le champ et l'aimantation ne restent plus parallèles. Les masses magnétiques de surface changent de sens avec le champ. L'effort électrodynamique parasite dans le plan de la tôle, dû à l'action du champ sur ces masses, prend la même fréquence que l'effort magnétostrictif et ne peut être filtré. Fort heureusement le comportement des parasites électrodynamiques est différent de celui des effets magnétostrictifs en fonction de l'induction de travail ce qui permet de les diagnostiquer mais pas cependant de les éliminer.



Echelle verticale Induction B
1 division $\approx$ 1 tesla
Echelle horizontale Champ H
1 division $\approx$ 3 Oe
Echelle horizontale Magnétostriction $\frac{\Delta L}{L}$
1 division $\approx$ $2 \cdot 10^{-7}$
Fréquence du champ d'excitation : 50 Hz
 $B_m = 1,5$ tesla (à droite)
 $B_m = 1,85$ tesla (à gauche)

fig. 43 Cycles dynamiques d'hystérésis et de magnétostriction d'une tôle Goss

La fig.43 donne un exemple d'enregistrement sur une tôle Goss de cycles d'hystérésis et de magnétostriction pour des excursions d'induction de $\pm 1,85$ Tesla. Avec simultanément $B(H)$ et $B(\frac{\Delta L}{L})$ on pourrait penser avoir des informations sur les processus d'aimantation; en fait la fig.44 montre que la situation n'est pas simple et ne permet guère de dépasser le stade des généralités.

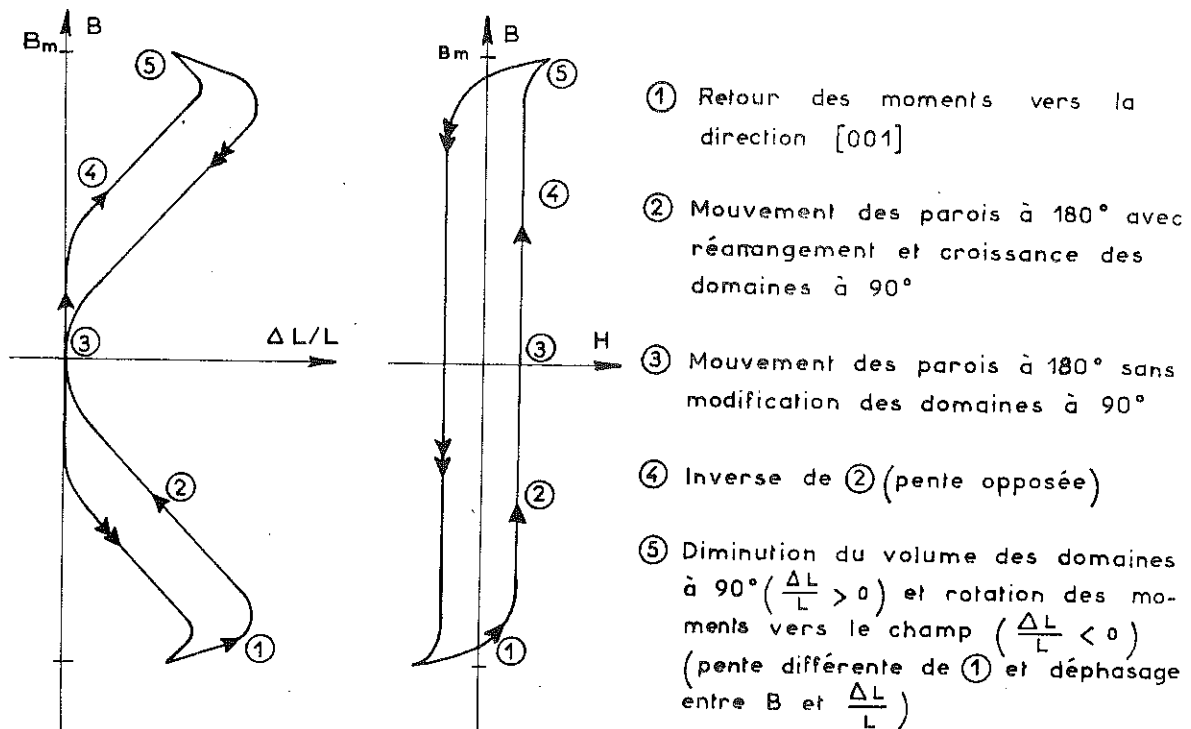


fig. 44 Schéma des processus d'aimantation possibles au cours des cycles de la fig.43

VIII.2.c. Fiabilité de la mesure

Nous avons remarqué que l'excitation d'une tôle à une fréquence f induit des efforts électrodynamiques à une fréquence $2f$ identique à celle de la magnétostriction apparente. Pour réduire ces parasites il faut disposer d'une tôle très plate et la plaquer sur une surface avec un film d'huile. On n'a cependant aucune garantie de mesurer seulement les effets magnétostrictifs de la tôle. La situation expérimentale d'une tôle longue, mince et flexible est très défavorable et constitue le problème majeur de cette mesure.

Nous pensons qu'il faut être prudent avec ces mesures et enregistrer les cycles de magnétostriction et les cycles d'hystérésis à l'oscillographe pour juger de la vraisemblance de la mesure. Il apparaît indispensable enfin de faire une mesure sur chaque face de la tôle et de ne retenir que les tôles qui donnent des valeurs cohérentes.

Malgré les précautions prises il ne semble pas que cette méthode puisse prétendre à une précision meilleure que 5 %.

Ch IX : ETUDE EXPERIMENTALE DE L'ADDITION D'ALUMINIUM A UN Fe-Si EN PHASE SOLIDE

L'étude expérimentale de l'addition en phase solide d'aluminium à un FeSi se trouve simplifiée par les propriétés générales de la diffusion. La concentration dans la tôle après diffusion qui définit les caractéristiques électromagnétiques, ne dépend que du paramètre $u = Dt$. Il suffit d'étudier les phénomènes à une température où les expériences sont commodes pour connaître le comportement de l'alliage pour toutes combinaisons du temps et de la température.

Pour le couple FeSi-Al, 900°C, constitue le compromis le plus avantageux ; les durées de recuit sont de l'ordre de l'heure et les complications techniques minima. La plupart de nos traitements ont eu lieu à cette température.

Dès les premières expériences le comportement de l'alliage enrichi en Al s'est montré moins simple que prévu. Nous avons distingué grossièrement deux étapes :

- L'absorption de l'aluminium par le FeSi avec formation d'une couche superficielle riche en Al
- La diffusion de l'aluminium dans la matrice.

Nous étudierons ces deux phases de l'enrichissement en essayant de dégager leur influence sur les propriétés magnétiques de l'alliage.

IX.1. L'ABSORPTION DE L'ALUMINIUM PAR LE FeSi

IX.1.a. Quelques propriétés du FeSi plaqué après diffusion à 900°C

Les échantillons utilisés pour ce travail préliminaire sont plaqués d'une couche d'Al de 5 à 10µm correspondant à un enrichissement moyen en aluminium de 0,5 à 1 %. Nos observations ne débutent effectivement qu'après des recuits d'une heure environ à 900°C. Nous nous trouvons alors devant un produit très dur en surface. Sur une profondeur approximative de 10µm la dureté vickers s'élève à 600 H.V. alors que dans la matrice à coeur la dureté vaut seulement 200 H.V. Les tôles sont cassantes et ne supportent pratiquement aucun pliage.

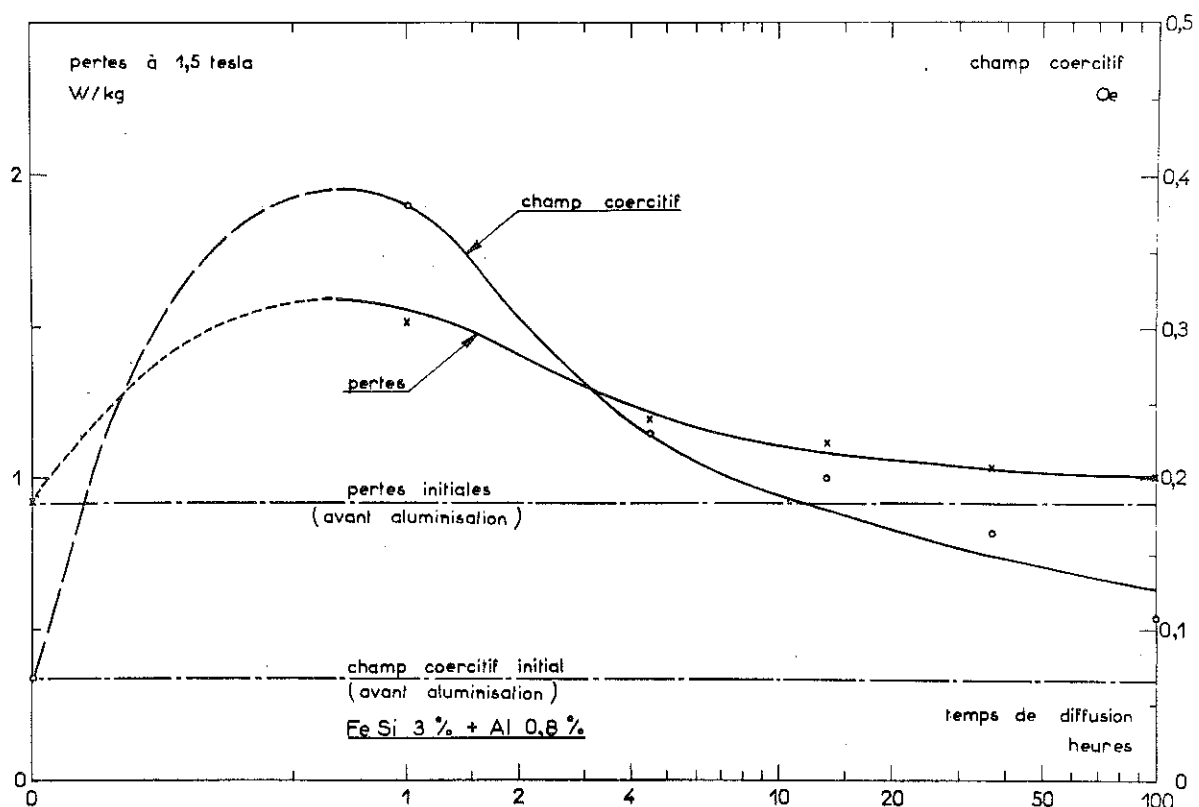


fig. 45 Pertes et champ coercitif d'un FeSi aluminisé au cours de recuits de diffusion à 900° C .

Le comportement magnétique de ces tôles est aussi décevant que leurs propriétés mécaniques. Le champ coercitif et les pertes s'élèvent à des valeurs considérables dès le premier recuit (fig.45) pour décroître ensuite lentement sans jamais rejoindre la valeur initiale de la matrice. La dureté superficielle et la fragilité suivent une loi semblable.

Ces observations amènent à soupçonner la formation en surface d'une nouvelle phase qui se décomposerait au cours des recuits. Cette hypothèse est plausible puisque l'on a en contact au départ du fer pur et de l'aluminium pur qui peuvent thermodynamiquement conduire à tous les composés présents dans le diagramme. Une coupe à 900°C du diagramme de phase FeAl (fig.46) montre qu'il existe au moins trois possibilités. Cependant ni par microscopie, ni sur les diagrammes Debye et Scherrer nous n'avons pu mettre en évidence sur nos échantillons l'existence de nouvelles phases.

Nous en avons conclu que :

- Soit les composés du diagramme FeAl se forment au début du traitement et sont déjà évanouis au moment de nos observations
- Soit ils ne se forment pas parce-que leur domaine de stabilité est trop étroit ou la quantité d'aluminium trop faible.

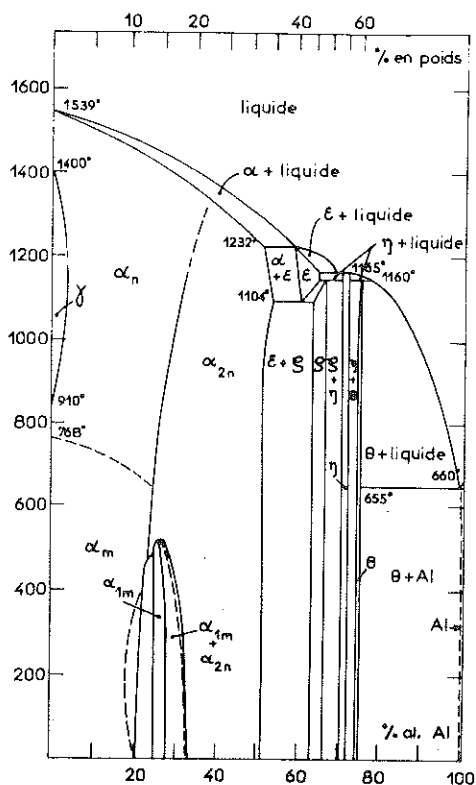


fig. 46 Diagramme d'équilibre des alliages Fe-Al d'après ⁴⁶.

IX.1.b. Analyse de la concentration en Al dans l'épaisseur de la tôle^(x)

Pour préciser la phase d'absorption de l'aluminium par le FeSi nous avons étudié à la microsonde électronique la répartition de l'aluminium dans l'épaisseur de la tôle. La fig.47 montre les résultats et confirme l'absence des composés définis du diagramme de phase même pour des recuits très courts.

IX.1.c. Etude microscopique de la surface en lumière polarisée

Les pertes mesurées sur nos échantillons aluminisés sont très élevées. Pour en trouver la raison nous avons comparé les structures en domaines des FeSi

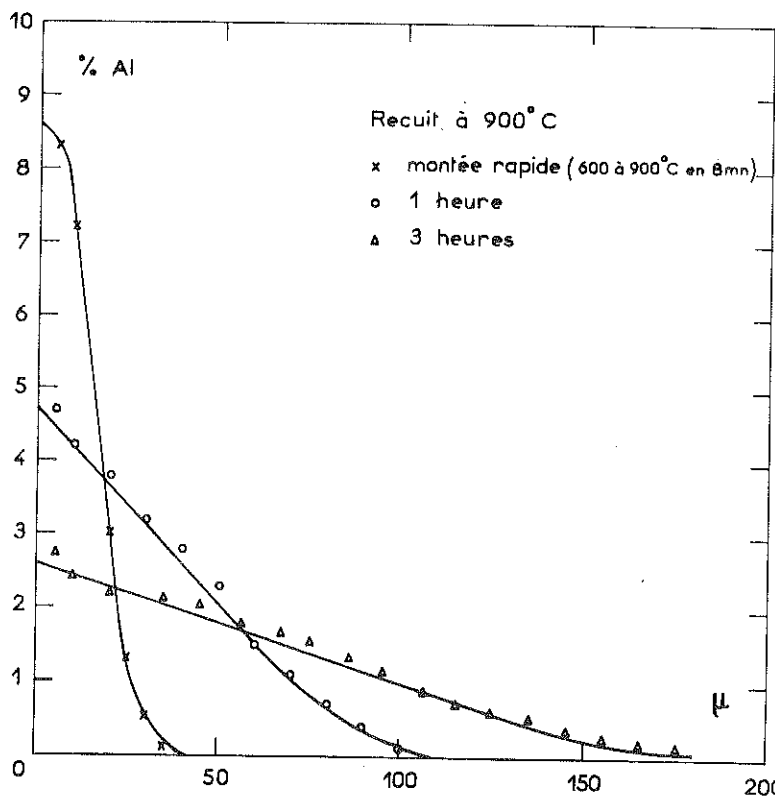


fig. 47 Courbes concentration-distance FeSi+Al 1 %

(x) Les analyses ont été faites par Mr POYET du Centre de Recherche CREUSOT-LOIRE à UNIEUX.

seuls et des FeSi aluminisés. Une modification même faible de la perfection des cristaux conduit presque toujours à une complication de la structure en domaines.

Nous avons réalisé ces expériences sur des grains aluminisés sur seulement la moitié de leur surface puis recuits et polis.

La partie aluminisée (fig.48) montre à l'intérieur des grains du FeSi d'origine un réseau très serré de joints de grains, et, fait penser à la transformation de phase invoquée en IX.1.

Cependant un examen attentif montre qu'aucun de ces joints de grains ne modifie la direction des parois dans le grain bien orienté ; ce qui indique une faible désorientation entre les petits

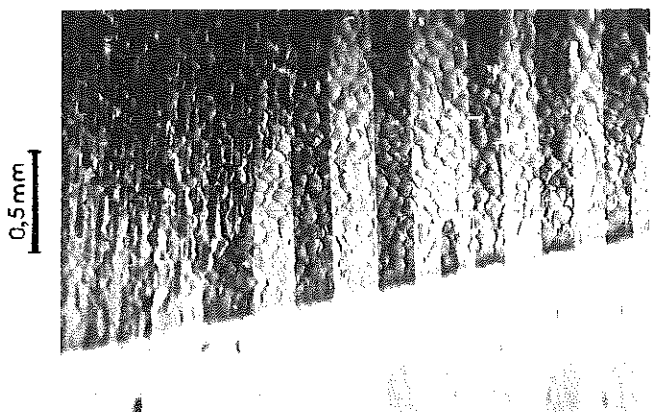


fig. 48 . Partie supérieure : sous joints et domaines dans un FeSi aluminisé et recuit 4 heures à 900° C
. Partie inférieure : FeSi seul

aux rayons X. Nous avons utilisé la méthode de Laüe par transmission dans ses deux variantes proposées par Guinier et Tennevin⁴⁷. Celles-ci permettent de donner d'une part une image du cristal, d'autre part une estimation de la désorientation des sous-grains.

La fig.49 donne l'image en lumière polarisée d'un grain étudié aux Rayons X où l'on reconnaît la frontière d'aluminisation, les sous-grains et les domaines magnétiques.

La fig.50a représente une tache de diffraction intense choisie près du centre du diagramme de Laüe haute résolution orienté suivant $[110]$; la fig.50b situe la zone irradiée de l'échantillon. On remarquera sur la fig.50a la différence considérable de contraste entre la région aluminisée et le FeSi seul. Il n'apparaît qu'une désorientation très faible entre les différents sous-grains qui est bien traduite par l'irrégularité du bord droit de la tache. A l'intérieur de la tache cependant on reconnaît mal les motifs des sous-grains et il n'est pas évident que leur désorientation relative contribue seule au contraste. La différence d'absorption des rayons X conséquence d'une répartition irrégulière de l'aluminium dans l'échantillon pourrait participer au contraste.

Les images de cette tache (013) à la focalisation sont données fig.51a et b et la position correspondante des faisceaux incidents fig.51c. La fig.51a dans sa partie inférieure représente la matrice FeSi seule et dans sa partie supérieure la matrice et le bord du dépôt alors que la fig.51b ne représente que le FeSi aluminisé.

grains. La dimension de ces sous-grains augmente avec la durée du recuit à 900°C et simultanément la netteté des joints s'affaiblit. Pour des recuits à 1000°C le phénomène n'est visible que dans les premières heures du traitement.

IX.1.d. Etude aux Rayons X^(x)

Pour préciser la structure interne et la désorientation des grains formés au cours de l'aluminisation il faut avoir recours

(x) Ces expériences ont été menées en collaboration avec Mr J.C MARMEGGI du Laboratoire R.X de GRENOBLE

On peut calculer en tenant compte de la géométrie de l'appareillage une désorientation des sous-grains de 1,5 à 2 minutes pour la matrice et de 8 à 10 minutes pour le dépôt.

IX.1.e. Interprétation qualitative

Toutes nos observations contribuent à rejeter la formation de phases intermédiaires au cours de l'aluminisation. Il semble plus plausible d'invoquer le facteur de taille de l'atome d'aluminium dont le rayon est supérieur de 15 % à celui du fer. L'introduction d'un atome d'aluminium dans le réseau du fer produit des contraintes internes. Celles-ci induisent des dislocations qui au cours du recuit tendent à prendre une configuration stable en sous-grains.

Les contraintes et les dislocations peuvent rendre compte au moins partiellement de la dureté mécanique et magnétique observées au début du traitement. Leur variation au cours des recuits est naturellement liée à l'homogénéisation de l'aluminium.

IX.2. LA COUCHE DIFFUSEE FeSi-Al

IX.2.a. Le composé ordonné Fe_3Al

Au cours des recuits de diffusion nous avons noté sur certains alliages enrichis en aluminium une corrélation entre la vitesse de refroidissement et les pertes ; celles-ci sont d'autant plus élevées que le refroidissement est plus lent. Des essais de trempe à différentes températures montrent que ce phénomène se manifeste quand on refroidit les échantillons au-dessous de 600°C. Son amplitude mesurée par l'accroissement des pertes, croît quand la vitesse de trempe diminue et devient maximum pour un refroidissement lent, ce qui exclut d'invoquer les contraintes de trempe comme explication.

Cette dégradation des pertes peut s'expliquer par la précipitation au-dessous de 600°C d'une nouvelle phase. L'une des possibilités, compte tenu de nos conclusions précédentes et du diagramme FeAl (Fig.46) pourrait être la formation du composé ordonné Fe_3Al ou $\text{Fe}_3(\text{Si}, \text{Al})$ peu ou pas magnétiques.

L'étude aux Rayons X d'une poudre arrachée par meulage superficiel d'un échantillon enrichi à 0,6 % Al et recuit 3 heures à 900°C n'a pas montré de raies de surstructure nettes. Ce résultat s'explique peut-être par les conditions du prélèvement qui arrache à la tôle essentiellement du FeSi, de l'alumine d'oxydation et un

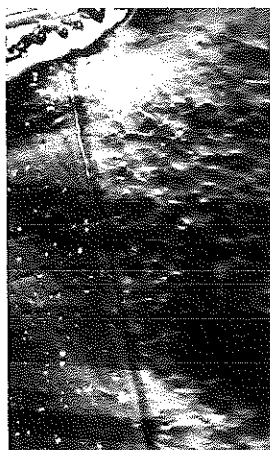


fig. 49

0,5mm

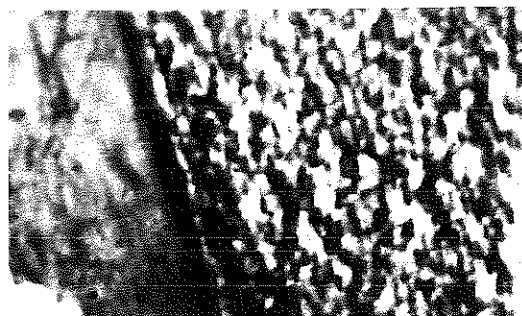


fig. 50a

fig. 49 Image en lumière polarisée du grain étudié aux R.X. fig.50. Echantillon aluminisé à 1% sur la partie droite et recuit 3 heures à 900° C.

fig. 50a Détail de la tache de diffraction (013) du diagramme de Laue transmis haute résolution. Partie gauche: Fe Si seul; partie droite: Fe Si + Al 1% recuit 3 heures à 900° C. Enregistrement sur plaque nucléaire Ilford type L4.

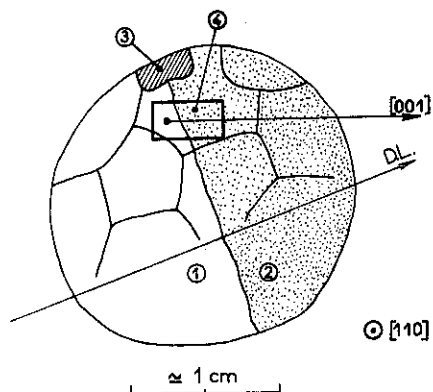


fig. 50b

fig. 50b Zone du cristal dans le faisceau R.X.

- ① Fe Si seul
- ② Fe Si aluminisé
- ③ trace du support de polissage (visible fig.49)
- ④ trace du faisceau R.X. sur le plan (110) (anticathode W, 42 KV, 3,2 mA)

1 mm



fig. 51a
pose 6 heures



fig. 51b
pose 4 heures

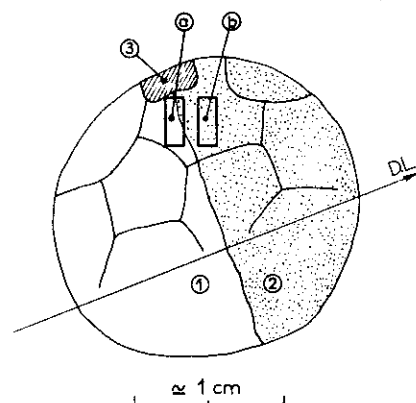


fig. 51c

fig. 51 Tache (013) à la focalisation; enregistrement sur film Kodak périapical

51a image de la zone ① fig. 51c

51b image de la zone ② fig. 51c

51c position des faisceaux R.X. dans l'expérience à la focalisation

- ① Fe Si seul
- ② Fe Si aluminisé
- ③ trace du support de polissage
- ④ & ⑤ traces successives du faisceau R.X. correspondant à 51a et 51b

peu de Fe_3Al noyé dans le prélèvement, et, rejoint les observations de Rimlinger⁴⁸.

Des essais de vieillissement magnétique nous amènent par ailleurs à repenser la formation accidentelle d'un carbure.

Nous avons précisé le rôle et la nature de la précipitation par la mesure des pertes et du champ coercitif au cours de vieillissements à différentes températures.

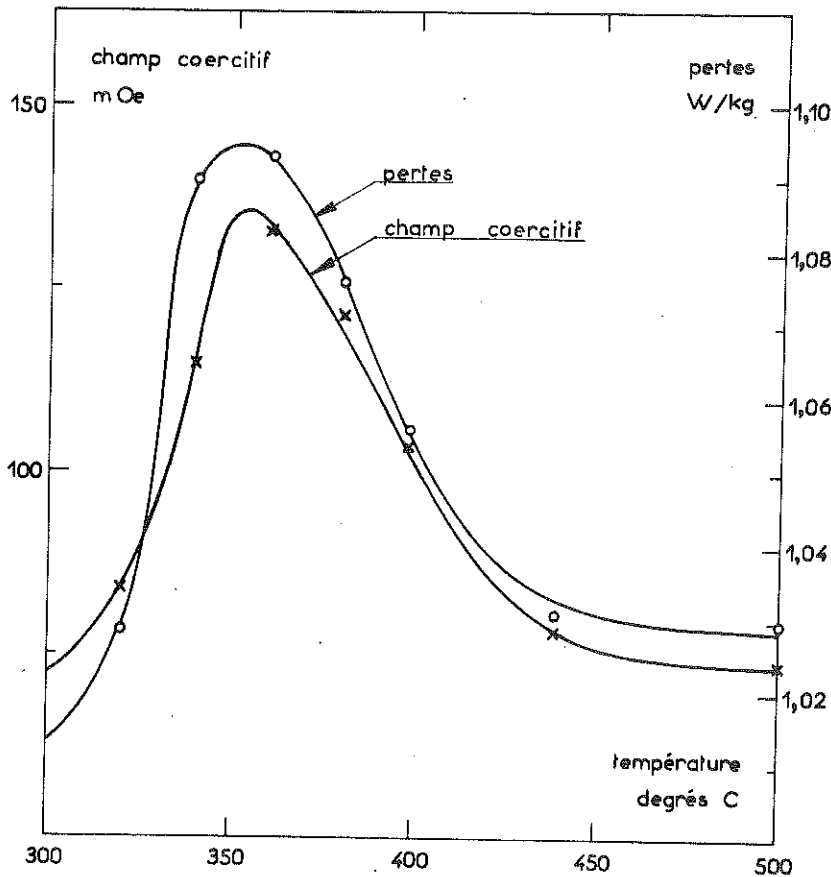


fig. 52 Effet de divers vieillissements de une heure sur un Fe Si 0,6 % Al recuit 3 heures à 900° C.

basse température et la modification de la taille et du nombre des domaines ordonnés au-dessus de 350°C.

Ces expériences se déroulent en trois étapes :

- Mise en solution par un recuit à 700°C de 10 minutes suivi d'une trempe à 1°C/sec environ
- Vieillissement une heure à une température inférieure à la température d'ordre
- Mesure du champ coercitif et des pertes.

Les résultats sur un alliage FeSi, Al 0,6 % sont mentionnés fig.52 et paraissent en accord avec l'hypothèse de la formation de Fe_3Al . Sans avoir approfondi la cinétique du phénomène, il semble que la forme des courbes s'explique par le ralentissement de la diffusion de l'aluminium à

IX.2.b. La structure d'orientation magnétique

De nombreux alliages ferromagnétiques binaires sont sensibles aux traitements sous champ. On interprète⁴⁹ généralement ce phénomène avec un modèle de liaison dirigée où les atomes A et B de l'alliage sont supposés former des associations AA, BB et AB : les paires. Ces paires sont normalement distribuées au hasard suivant toutes les directions cristallographiques principales et ont la même énergie. Cependant si l'alliage est ferromagnétique il apparaît une contribution magnétique à l'énergie des paires fonction de l'angle entre l'aimantation locale et l'axe des paires. Le solide tendra à minimiser cette énergie supplémentaire par redistribution de ses atomes.

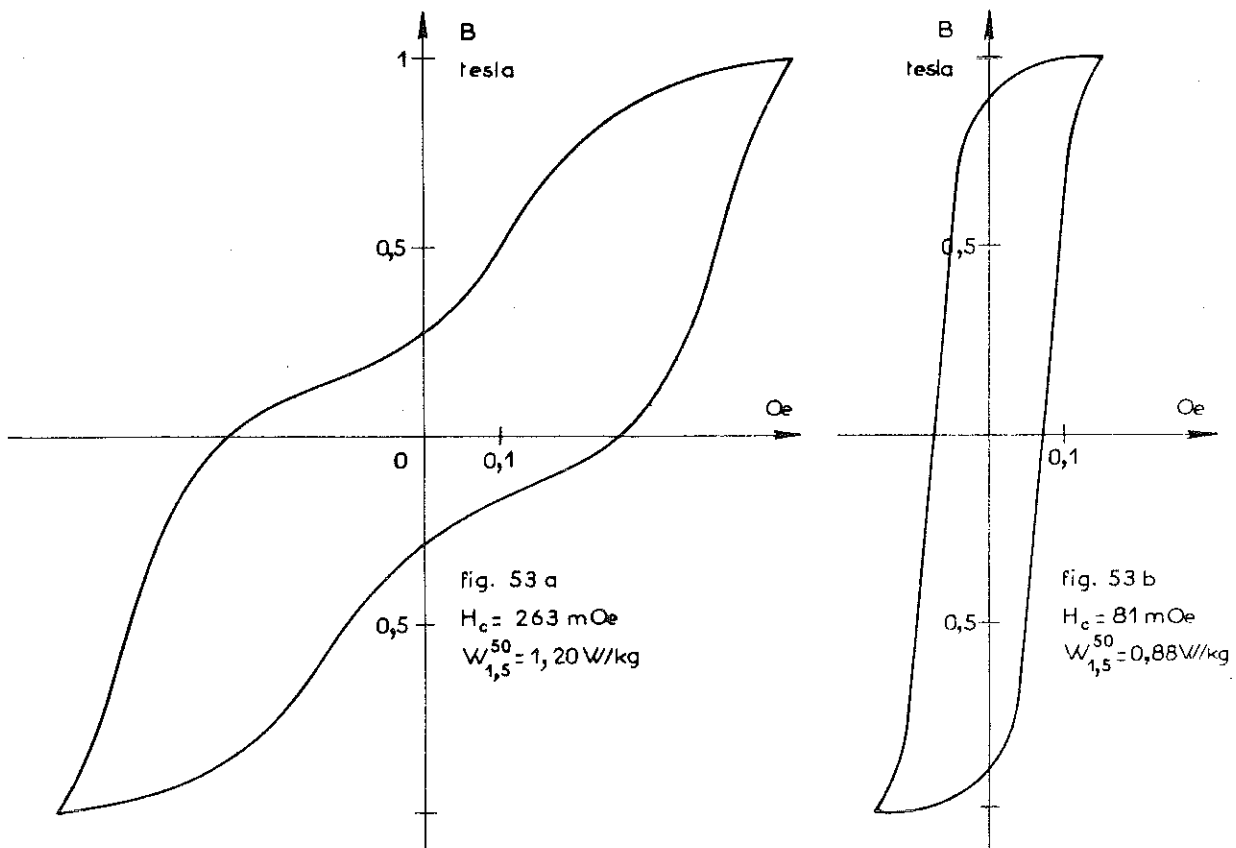


fig. 53 Cycles d'hystérésis d'un Fe Si + 0,5 %. Al recuit 3 heures à 900°C
 fig. 53 a après recuit de diffusion seul. (900°C - 3 heures)

fig. 53 b après recuit de diffusion et recuit sous champ 50 Oe, 5 minutes, à 600°C et trempé à 4°C/mn.

Matrice de départ : $H_c = 68 \text{ mOe}$, $W_{1,5}^{50} = 0,94 \text{ W/kg}$.

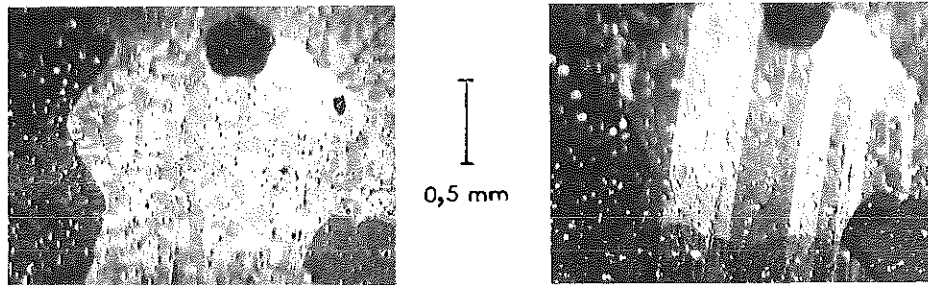


fig. 54 a

fig. 54 b

fig. 54 Modification des domaines par recuit sous champ sur un Fe Si + 1 % Al recuit 10 heures à 900°C.

fig. 54 a après recuit de diffusion seul. (900°C - 10 heures)

fig. 54 b après recuit de diffusion et recuit sous champ (voir cycle de traitements fig.56)

Au cours d'un recuit au-dessous du point de Curie dans un champ magnétique capable de fixer le sens de l'aimantation dans tout le solide cette réorganisation des paires, si elle peut avoir lieu, conduit à une faible anisotropie uniaxiale appelée surstructure d'orientation magnétique. Dans des alliages bien texturés où l'aimantation est parallèle à la direction de laminage, un recuit avec le champ dans cette direction n'a aucun effet, mais l'effet du recuit sous champ deviendra sensible pour les tôles à texture médiocre dans lesquelles il permettra d'abaisser le volume des domaines à 90°

par accroissement de l'anisotropie suivant la direction de laminage.

Les aciers au silicium enrichis en aluminium répondent aux traitements sous champ avec une amplitude énorme. La fig.53 montre le cycle d'hystérésis et la valeur des pertes d'un FeSi 0,5 % Al recuit trois heures à 900°C puis traité sous un champ effectif de 50 Oe 5 minutes à 600°C suivi d'une descente sous champ à 4°C/minute.

La fig.54 illustre la transformation de la structure magnétique qui se produit dans certains grains au cours du recuit sous champ. La fig.54a montre un grain avec en surface des domaines complexes probablement induits par les tensions dues à la diffusion de l'aluminium. Dans la fig.54b cette configuration a été remplacée au cours du recuit sous champ par des parois à 180°.

Ces modifications de la structure magnétique lors du recuit sous champ trouvent leur explication dans la variation des constantes d'anisotropie avec la concentration en aluminium et la température.

L'anisotropie magnétocristalline décroît avec la concentration en aluminium fig.27 et n'est plus suffisante pour maintenir une structure en bande dans la partie superficielle de la matrice perturbée par l'addition d'aluminium. Par contre l'anisotropie induite des FeSi-Al nettement plus importante que celle des FeSi peut transformer la structure superficielle complexe en une structure en bandes à la température du recuit magnétique où les contraintes sont déjà relâchées.

Ch.X : MODIFICATION DES CARACTERISTIQUES ELECTROTECHNIQUES DES ACIERS GOSS PAR ENRICHISSEMENT EN ALUMINIUM

X.1. DEFINITION D'UN TRAITEMENT

L'étude sommaire des phénomènes associés à la diffusion de l'aluminium dans le FeSi nous a montré que l'enrichissement par la surface en élément d'alliage s'accompagne de complications qui peuvent complètement dissimuler l'action favorable de l'accroissement superficiel de la résistivité. Il est fondamental, pour étudier expérimentalement l'effet de cet accroissement de résistivité, de se libérer le plus possible des phénomènes secondaires. Malheureusement certains comme les perturbations amenées par la diffusion sont liés à la nature même du procédé et force nous est de les tolérer en remarquant toutefois que leur influence s'atténue à mesure que la répartition en aluminium devient plus homogène.

X.1.a. La formation simultanée du composé ordonné Fe_3Al et de la surstructure magnétique

La précipitation du composé ordonné Fe_3Al au cours du refroidissement est liée à la mobilité de l'aluminium dans le fer, il est facile de la limiter. L'établissement de la surstructure magnétique dépend aussi de la mobilité des atomes d'aluminium dans la même gamme de température. Ces deux phénomènes seront donc en compétition au cours du recuit sous champ. Il est intéressant pour tirer parti du recuit sous champ dans l'amélioration des pertes de connaître le résultat de cette rivalité à différentes températures. La fig.55 montre la diminution des pertes au cours de recuits de mise en ordre sous champ. Ces recuits sont pratiqués sur un alliage désorienté à 700°C et trempé à 1°C/sec. Le champ effectif appliqué dans la direction de laminage vaut 50 Oe. Le traitement sous champ dure une heure et s'achève par une trempe à 1°C/sec. La courbe en traits mixtes rappelle d'après la fig.52 le rôle de la mise en ordre cristallographique seule au cours du même recuit sans aucun champ magnétique.

X.1.b. Définitions des traitements

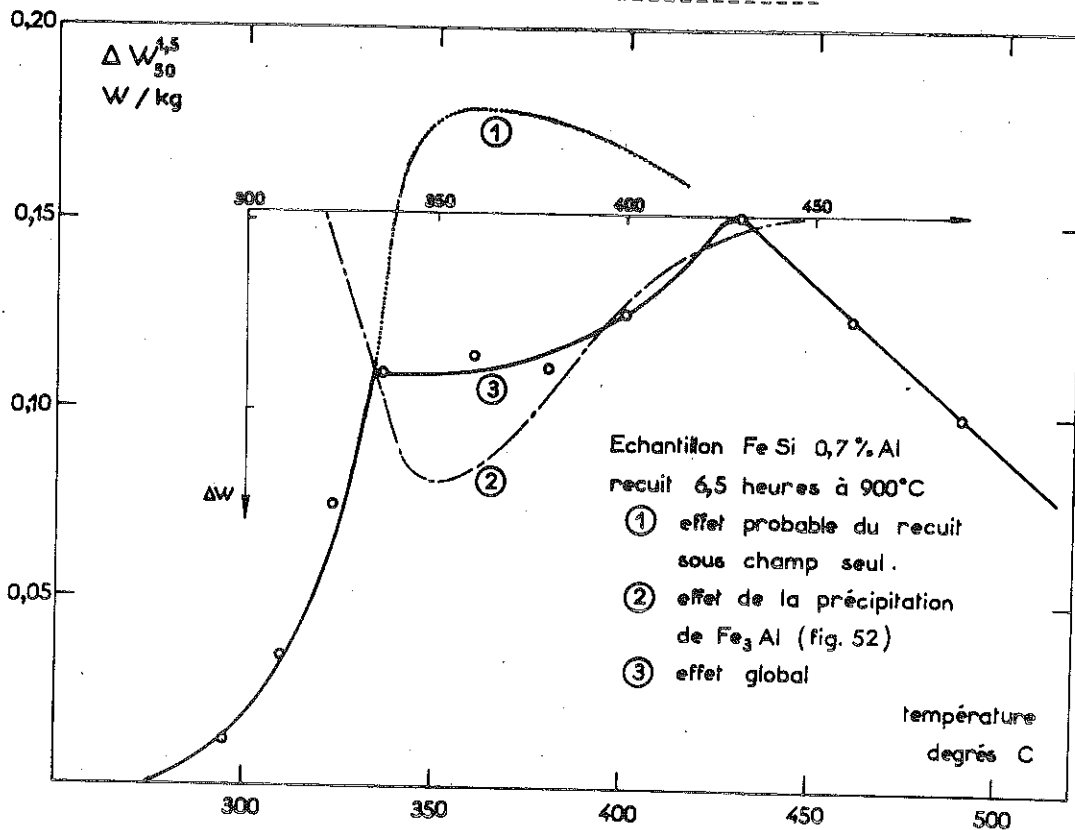
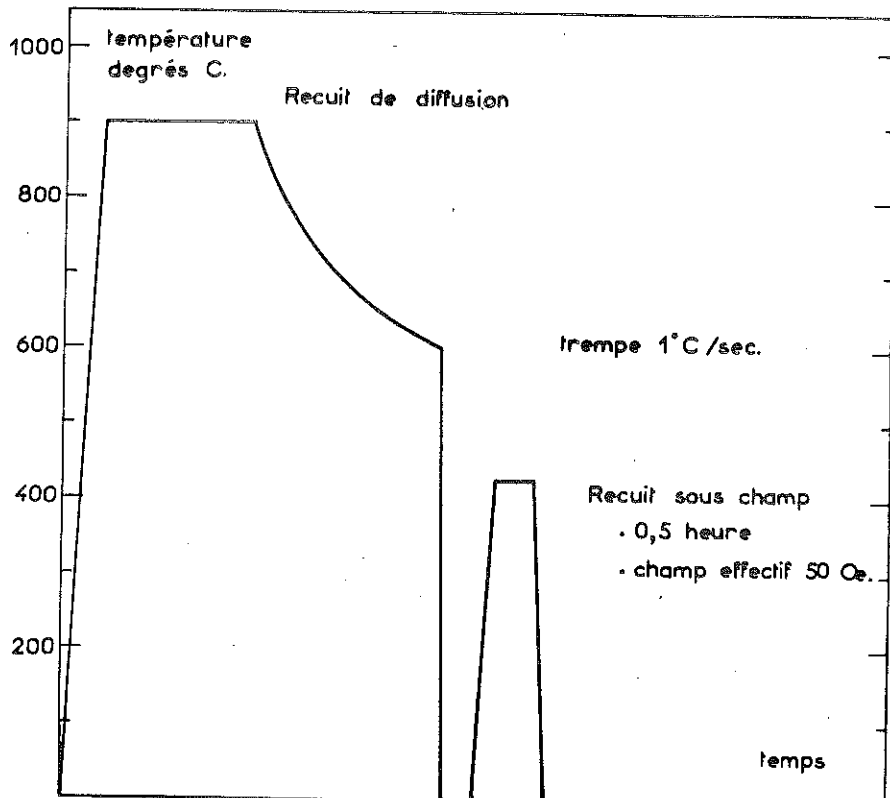


fig. 55 Variation des pertes avec la température pour un recuit sous champ d'une heure (voir texte)



L'examen de la fig.55 permet d'imaginer des traitements thermiques susceptibles de limiter la précipitation de Fe_3Al pendant le recuit sous champ. Ce sont par exemple ceux de la fig.56 que nous avons systématiquement appliqués à nos échantillons.

fig. 56 Schéma des traitements thermiques

X.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous avons étudié sur des échantillons à différentes concentrations en aluminium le comportement des pertes à 1,5 Tesla au cours de recuits de diffusion à 900°C et 1000°C suivis ou non d'un recuit sous champ. La fig.57 montre sur deux alliages enrichis à 1,4 et 1,48 % Al un exemple typique de résultats obtenus.

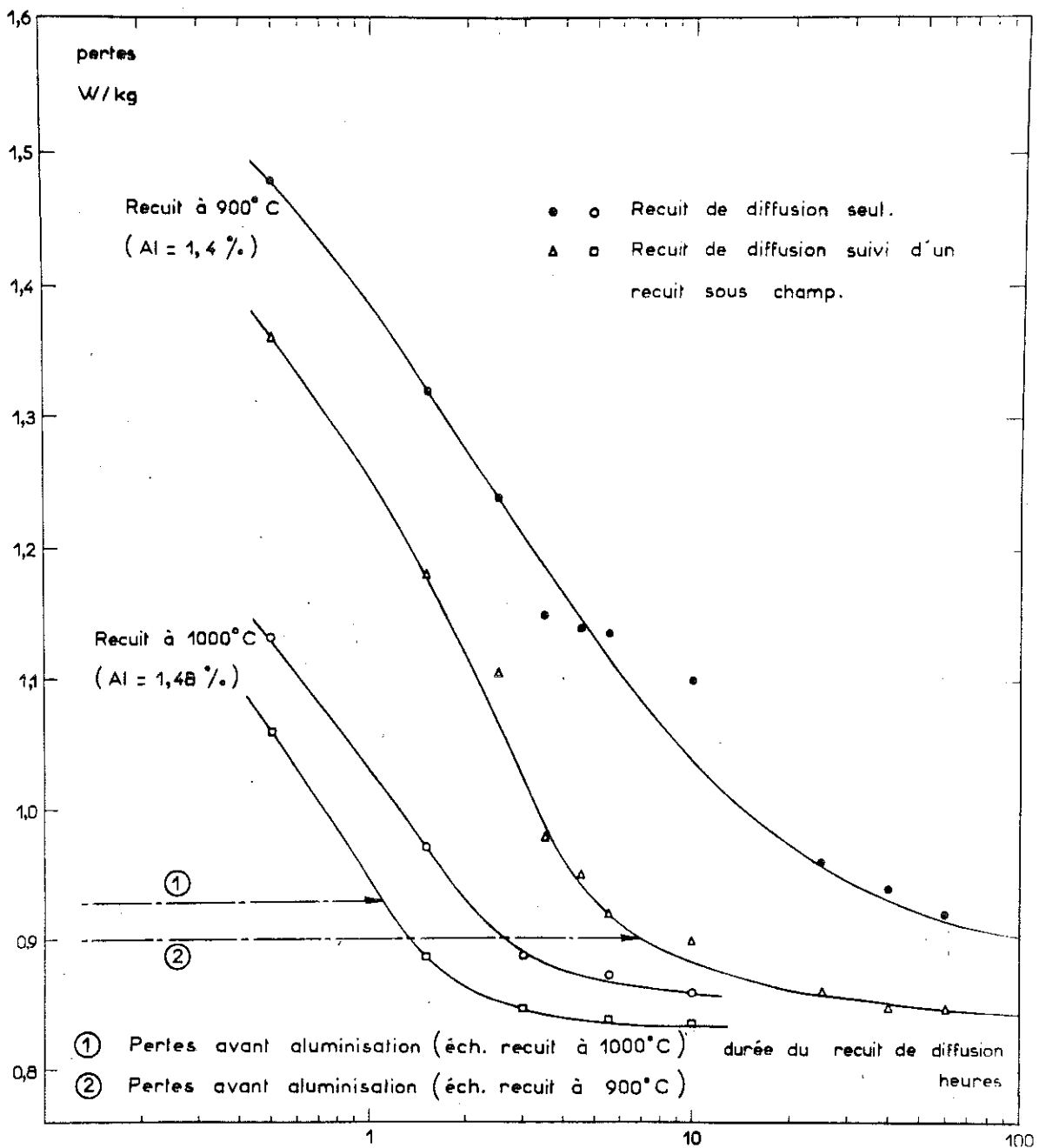


fig. 57 Variation des pertes avec la durée du recuit de diffusion

Il est intéressant de remarquer l'écart entre les courbes avant et après recuit magnétique qui présente un maximum entre 5 et 10 heures de traitement en accord avec les mesures de magnétostriction apparente fig.58. La fig.58 illustre le rôle du recuit sous champ dans l'élimination des domaines à 90° de l'aimantation principale.

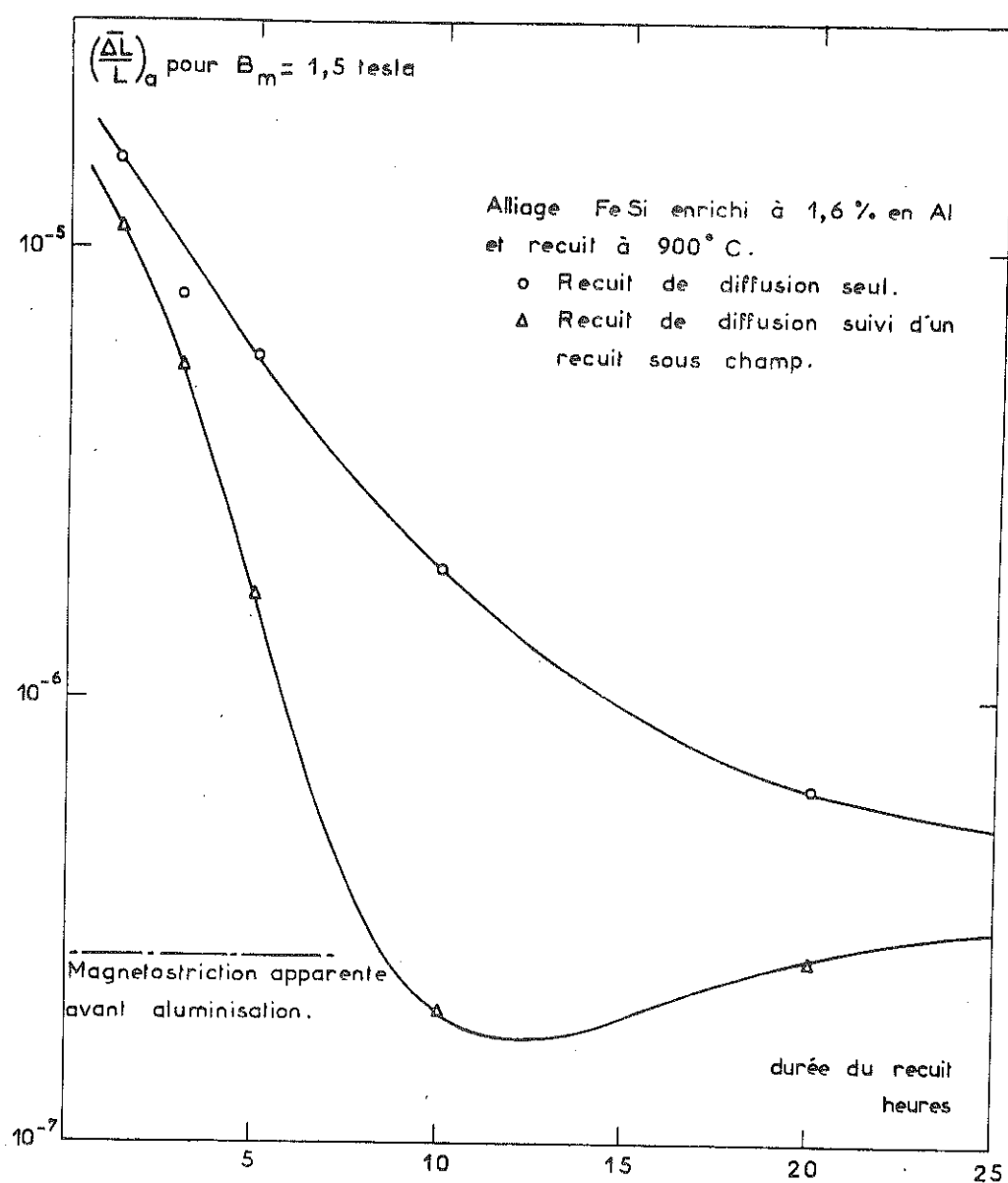


fig. 58 Magnétostriction apparente en fonction de la durée du recuit

X.3. INTERPRETATION

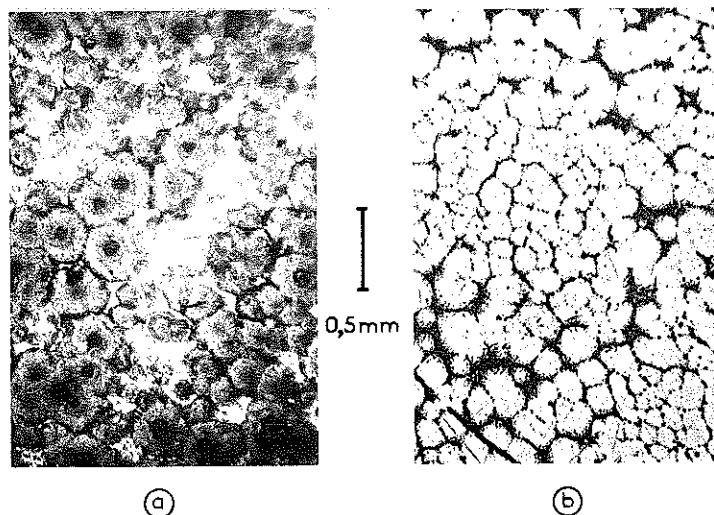


fig. 59 Surface d'un échantillon FeSi aluminisé puis recuit 10 minutes à 900°C

- (a) sans traitement.
- (b) après léger polissage au diamant. (région différente)

Les courbes pertes-temps de recuit ont exactement l'allure opposée à celles estimées en VI.3 en supposant la pénétration régulière d'une couche homogène d'aluminium dans la tôle.

Au cours du premier recuit à 900°C la fine couche d'Al évaporée passe à l'état liquide dès 660°C. Restera-t-elle sous forme d'une pellicule liquide ou au contraire cet agrégat de petits cristaux se transformera-t-il en une série de gouttelettes sous l'action de la tension capillaire ? Les images de

la surface d'échantillons polis puis aluminisés et recuits à 900°C (fig.59) plaident en faveur de la deuxième hypothèse.

Nous avons confirmé le rôle de ces irrégularités dans la distribution de l'Al en surface sur les propriétés magnétiques en comparant une aluminisation avec passage en phase liquide à une aluminisation uniquement en phase solide, c'est-à-dire avec une répartition uniforme forcée de l'aluminium.

Nous avons réalisé l'aluminisation d'un FeSi en phase solide par dépôt sous vide et diffusion à 900°C d'une vapeur FeAl 50-50 atomique issue d'un alliage 5,2 % Al en poids. La courbe des pertes de cet échantillon en fonction du temps de recuit à 900°C est comparée fig.60 à celle d'un échantillon aluminisé par l'aluminium pur et de même teneur totale en Al.

Il semble raisonnable d'imputer la différence de comportement de ces deux échantillons à la distribution de l'aluminium dans l'alliage. Le FeSi plaqué de FeAl n'a pas d'irrégularité de concentration en Al dans le plan de la tôle ; les effets magnétostatiques et magnétoélastiques secondaires restent faibles même dans les premières phases du traitement. Dans le FeSi plaqué d'aluminium la situatio

est tout à fait opposée dès que l'on a dépassé la fusion de l'Al. La tôle FeSi est alimentée en aluminium par points ce qui conduit à une forte perturbation des propriétés magnétiques de l'alliage.

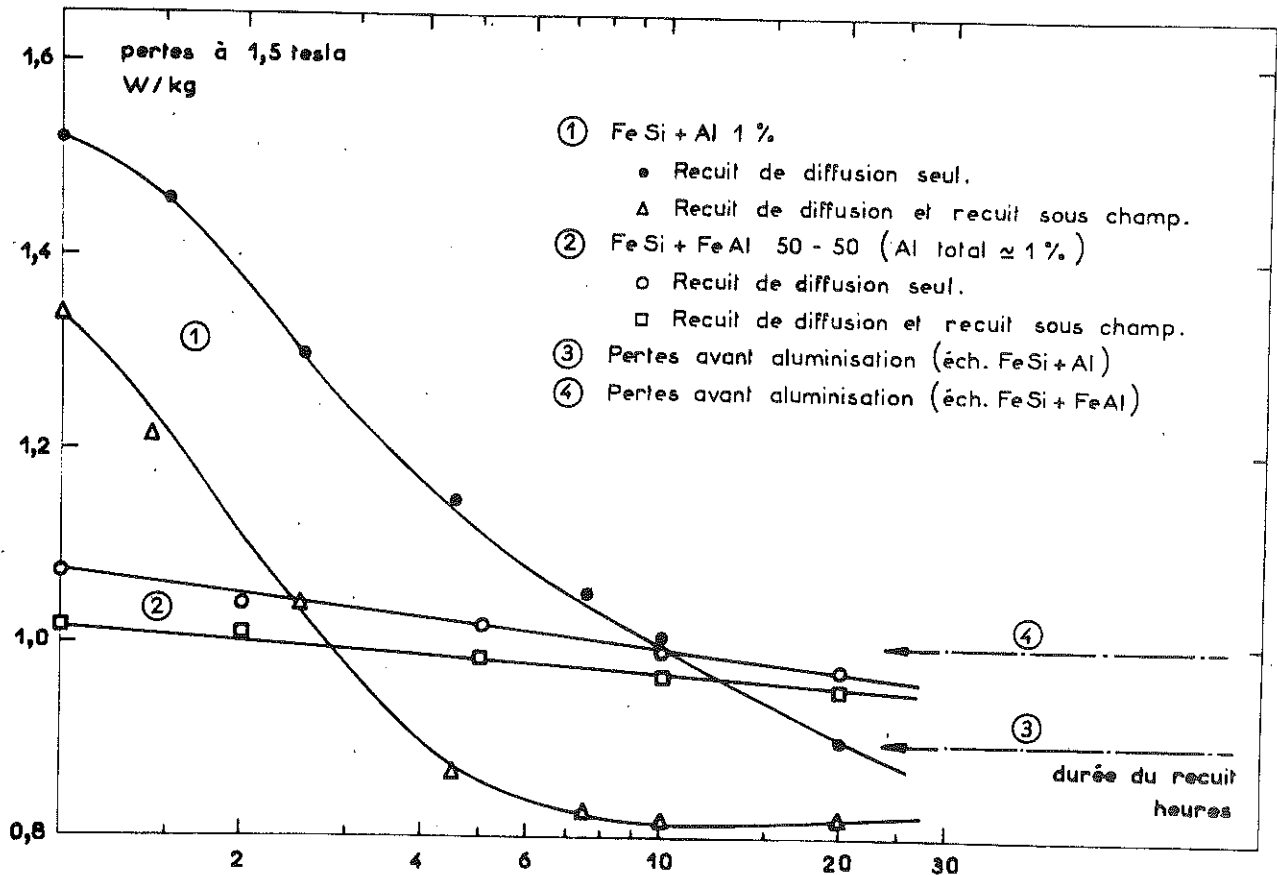


fig. 60 Pertes en fonction de la durée du recuit à 900°C

Ce modèle fournit également une explication simple à l'effet considérable du recuit sous champ sur les pertes. Les zones riches en aluminium sont les plus perturbées mais leur forte concentration en aluminium rend le recuit sous champ très efficace. On ne retrouve pas ce résultat avec le FeSi + FeAl.

L'hétérogénéité de concentration envisagée est-elle la conséquence d'effets capillaires, de mouillage ou chimiques à l'interface ?

Il est bien imprudent de formuler un choix.

Ch. XI : ETUDE EXPERIMENTALE DE L'ADDITION D'ALUMINIUM A UN FeSi
NON RECRISTALLISE EN PHASE SOLIDE

Nous n'avons envisagé l'enrichissement du FeSi par l'Al que pour modifier les constantes électromagnétiques de l'alliage ; il est avantageux pour ce traitement d'opérer sur la tôle à sa plus faible épaisseur. Nous avons alors choisi le métal dans son état définitif de fabrication, c'est-à-dire un alliage pur et recristallisé en texture (110) [001]. C'est le problème le plus simple mais technologiquement le moins attrayant.

On remarque sur le cycle de fabrication industrielle de ce produit (tableau VII) que l'aluminisation peut être envisagée aussi avant le recuit final. Le recuit final à 1150°C réaliserait tout à la fois la diffusion de l'aluminium et la recristallisation du métal.

Cette modification mineure en apparence nous place devant un problème complexe de recristallisation. Les phénomènes de recristallisation, en particulier la recristallisation secondaire, sont encore mal connus et les théories développées jusqu'alors ne visent qu'à organiser un amas considérable de résultats empiriques.

Nous soulignerons d'abord les aspects importants de ces phénomènes de recristallisation dans une optique nouvelle, puis nous envisagerons quelques résultats expérimentaux relatifs à la recristallisation des FeSi aluminisés.

XI.1. RECRISTALLISATION ET TEXTURE

XI.1.a. Les théories formelles de la recristallisation⁵⁰

On présente le plus souvent la recristallisation sous son aspect cinétique. On définit alors la vitesse de croissance des joints de grains par une relation du type :

$$V = M\gamma_D \left(\frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} \right) \quad (70)$$

avec V : vitesse de croissance du joint de grain

M : mobilité du joint de grain

γ_D : énergie du joint de grain

ρ_1 et ρ_2 rayons de courbure du joint en mouvement

Cette formulation décrit correctement la cinétique de recristallisation primaire d'un alliage pur mais elle est mal adaptée à la recristallisation secondaire qui se déroule en deux phases.

On admet souvent que la stabilisation de la matrice primaire nécessaire à une croissance secondaire ultérieure est réalisée par une phase insoluble finement dispersée dans l'alliage. La façon la plus simple de décrire cette stabilisation consiste à introduire différents termes de freinage dans (70).

Cette modification permet d'interpréter l'arrêt de la cristallisation pour un certain diamètre des grains primaires et la croissance ultérieure des grains ayant atteint la taille critique quand les conditions sont modifiées aux joints.

XI.1.b. La microscopie de la recristallisation

Si cette description est d'un maniement commode on peut s'interroger sur ses fondements.

Le transfert unitaire des atomes d'un grain à un autre dans le joint de grain constitue le principal processus de recristallisation. On sait d'autre part que la diffusion dans les joints est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à celle des corps massifs. On voit mal alors quelle peut être l'efficacité d'un précipité de très petite taille ($\sim 1000 \text{ \AA}$) très vite contourné par les atomes diffusant dans les deux joints créés entre le métal et la seconde phase insoluble.

Il semble par contre que l'on puisse rattacher à la structure réelle des joints de grain un processus d'inhibition plus plausible⁵¹⁻⁵². Le joint de grain s'étend sur deux à trois distances atomiques et on le représente par une répartition de sites vacants qui dépend de la désorientation entre les deux cristaux voisins. Dans ces sites, ou dans leur voisinage, les conditions énergétiques pour des atomes insolubles (S, Se etc ...) sont différentes de celles du cristal lui-même. On peut alors trouver une structure de moindre énergie où ces atomes étrangers, soit saturent les lacunes, soit relâchent les contraintes du joint. Le potentiel chimique de ces atomes sera alors différent en ces points de ce qu'il est dans la masse du cristal. On peut même extrapoler jusqu'à une variation de ce potentiel en fonction de la désorientation des grains.

Pour les échanges de matière entre grains les atomes figés dans le joint de grain créent un véritable écran au transport des atomes de l'espèce qui cristallise. Ce mécanisme est effectivement actif dans le cas des FeSi contenant des impuretés de S, Se, Te⁵³.

L'inhibition par une seconde phase, par exemple le MnS, peut s'envisager comme une inhibition en phase dissoute ; la quantité de soufre en solution dans un FeSi en équilibre avec le précipité atteint des valeurs apparemment suffisantes pour créer l'inhibition de croissance⁵³⁻⁵⁴.

XI.1..c. Seconde phase et texture dans les FeSi : Une hypothèse

Il est commode d'imaginer des processus pour l'inhibition de croissance primaire ; le plus vraisemblable paraît être l'inhibition en phase dissoute. Par contre il est difficile d'avancer une interprétation qui rende compte de la forte anisotropie de croissance des grains secondaires. On suppose, presque toujours, qu'au cours de la cristallisation primaire il s'est formé quelques très gros grains bien texturés qui croîtront ensuite dans les autres par suite de leur effet de taille. L'expérience ne semble pas confirmer cette hypothèse. On constate que beaucoup de grains croissent dès le début de la cristallisation secondaire, certains plus favorisés consomment ensuite leurs voisins, ce qui suggère une sélection progressive.

Au stade de la recristallisation secondaire la tôle est constituée de petits grains de 0,02 mm environ dont la structure interne est bonne. La seule énergie que l'on puisse mettre en oeuvre pour des processus ultérieurs de cristallisation reste celle des surfaces : surfaces libres et joints de grains, que l'on peut estimer à environ 1000 erg/cm² pour les joints et inférieure à 100 erg/cm² pour la différence d'énergie entre deux plans cristallographiques³⁶.

Les atomes insolubles, qui bloquent la cristallisation primaire, sont emprisonnés dans le réseau des joints de grain dans lequel ils se déplaceront facilement aux températures de recristallisation. On peut alors envisager une redistribution de ces atomes dans les joints de grain en fonction d'une part de la température de traitement et surtout de la désorientation entre les grains constituant le joint. Cette hypothèse permet d'imaginer une anisotropie de croissance contrôlée par la phase dissoute.

Essayons d'en trouver le cheminement dans le cas des FeSi.

Nous ne nous intéresserons qu'à ce qu'il se passe après le dernier laminage et le recuit de décarburation à 800°C qui conduit à une matrice primaire avec une texture floue mais où figure une forte composante Goss²⁹, résultat semble-t-il caractéristique de la cristallisation primaire des solutions solides diluées du Fer α .

A ce stade l'oligoélément inhibiteur a été rejeté aux joints de grains pendant la recristallisation primaire à basse température. Pour une température convenable par exemple 900°C la mobilité dans les joints de l'oligoélément inhibiteur devient appréciable et il va essayer d'établir un nouvel équilibre énergétique de ses atomes. Dans notre hypothèse les atomes de S ou Se vont quitter les joints de grain à faible désorientation où leur énergie est grande pour occuper les joints de grain à forte désorientation. Ce phénomène favorise la croissance des grains Goss qui sont les plus nombreux donc ont la plus forte probabilité d'avoir un joint de grain à faible désorientation ; mais il n'exclut pas la croissance de grains présentant d'autres orientations.

Nous admettons dans notre raisonnement que la mobilité des joints peu désorientés entre eux, habituellement faible, devient nettement supérieure à celle des joints bloqués par la phase dissoute.

Cette redistribution de l'oligoélément ne peut se poursuivre au-delà d'une limite qui correspond à la saturation de tous les joints existants. Il est probable alors que l'élimination de l'oligoélément joue un rôle important. Nous avons admis que le potentiel chimique de l'oligoélément varie avec la désorientation du grain, les conditions de son élimination en dépendront aussi. L'oligoélément est plus stable dans les joints à grande désorientation et bloquera ces derniers le plus longtemps. Il apparaît ainsi un phénomène supplémentaire de sélection qui agit encore pour resserrer la texture existant.

XI.2. RECRISTALLISATION ET ALUMINISATION

XI.2.a. La méthode d'étude

L'étude très sommaire qui suit vise seulement à présenter le problème et non à lui donner une réponse.

Notre objectif limité nous a conduit à retenir des moyens d'études rapides mais incomplets ; il s'agit essentiellement d'examens macrographiques et de mesures de couples qui permettent d'estimer la nature de la recristallisation et le taux global de produit texturé.

Toutes nos observations se font par comparaison entre un métal aluminisé (généralement à 1 % par dépôt sous vide) après la décarburation à 800°C et le même métal non aluminisé réputé conduire à une texture Goss.

XI.2.b. Macrographie de la recristallisation

La fig.61 montre deux échantillons FeSi et FeSi + Al recuits dans un gradient de température où l'on note que :

- La température de fin d'inhibition s'élève de 835°C pour le FeSi à 865°C pour le FeSi + Al, avec une transition entre métal recristallisé et matrice moins nette pour le FeSi + Al
- La taille et le contour des grains sont différents.

XI.2.c. Influence de la pénétration de l'aluminium

Le temps d'incubation pour la recristallisation est très faible ; pour des températures de l'ordre de 950°C seulement quelques minutes. La pénétration de l'aluminium dans un temps aussi bref est très réduite et l'on doit se demander si l'aluminium déposé en surface joue effectivement un rôle sur la recristallisation à l'exception de la surface.

Pour établir cette contribution nous avons étudié la recristallisation de tôles FeSi enrichies plus ou moins profondément en aluminium. Nous réglons la profondeur de pénétration de l'aluminium par un recuit de diffusion à différentes températures. Pour obtenir très rapidement un panorama, les recuits de diffusion sont réalisés dans un four à gradient qui place la température de début de recristallisation au centre de la plage de température explorée. Ces échantillons aluminisés et diffusés sont ensuite soumis au recuit classique de recristallisation à 1150°C pendant 24 heures sous hydrogène.

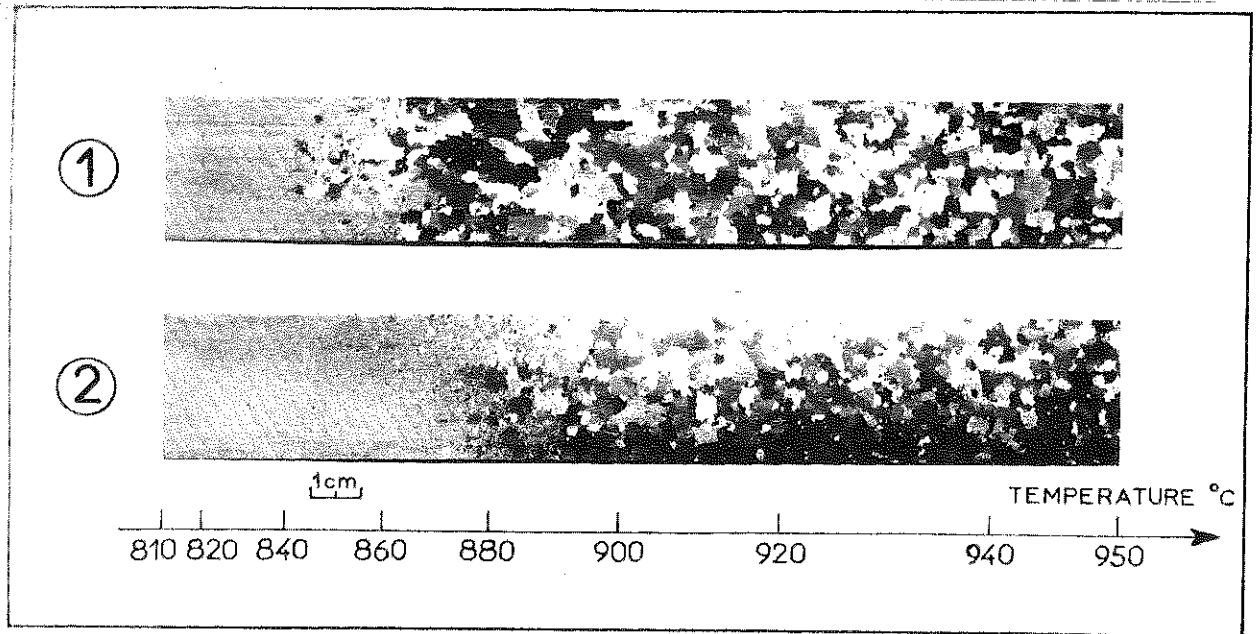


fig. 61 Macrographie de la recristallisation après recuit de 24 heures dans un gradient de température :

- ① Fe Si
- ② Fe Si + Al 1 %.

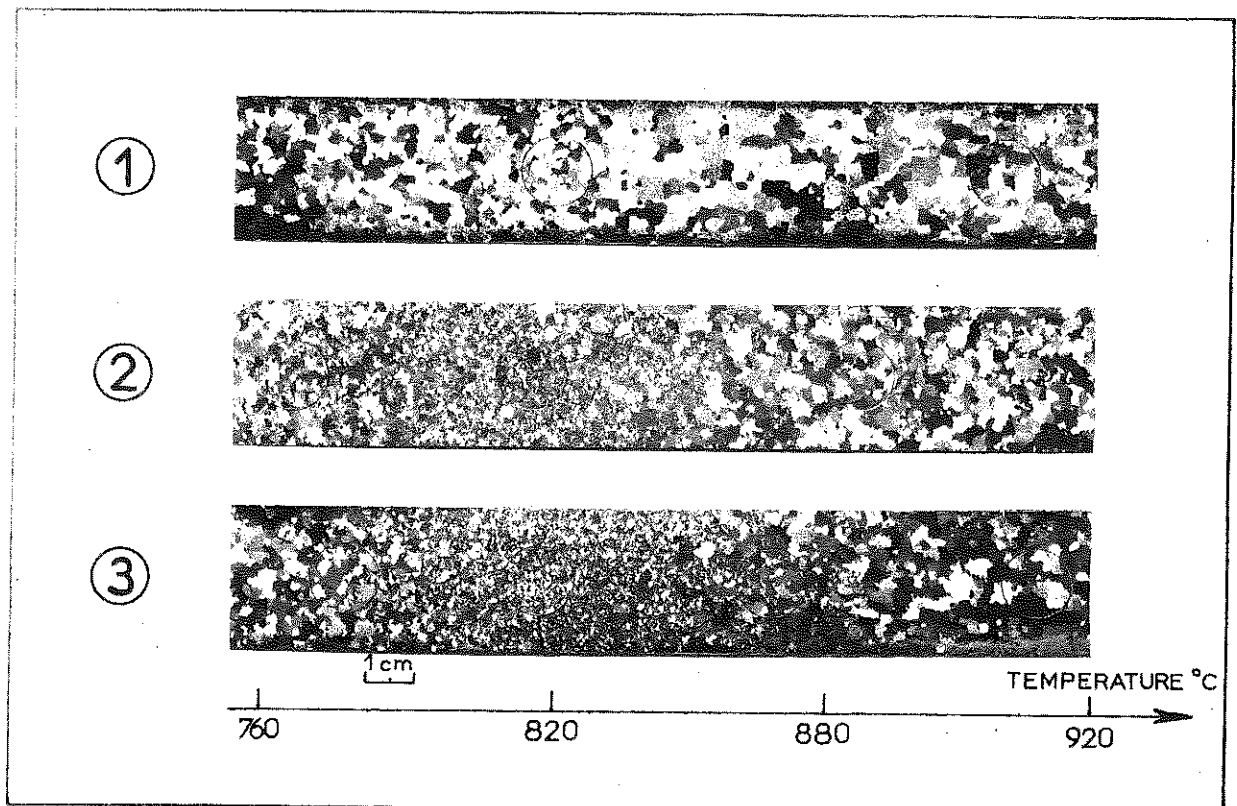


fig. 63 Macrographie de la recristallisation :

- ① Fe Si recristallisé à 1150 °C.
- ② Fe Si + Al diffusé 3 heures sous gradient de température puis recristallisé à 1150 °C
- ③ Fe Si + Al diffusé 6 heures sous gradient de température puis recristallisé à 1150 °C

Nous traduisons le résultat global de la recristallisation par le rapport $R = \frac{Ma}{M}$ du premier maximum de la courbe de couple du métal aluminisé : Ma au premier maximum de couple du FeSi de référence : M .

La fig.62 montre pour différents temps de diffusion l'évolution de ce rapport en fonction de la température de diffusion.

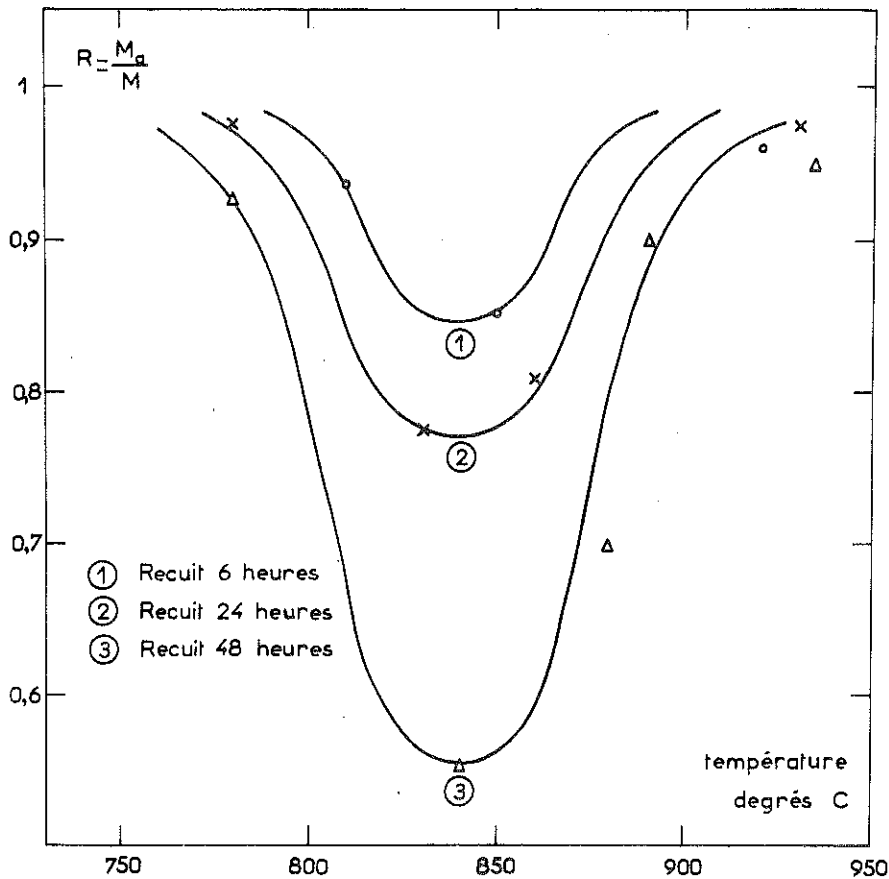


fig. 62 Variation de la texture $R = \frac{Ma}{M}$ pour différents recuits de diffusion de l'aluminium.

XI.2.d. Une interprétation

Quelques remarques sur la nature de l'aluminisation vont nous permettre de coordonner les résultats décrits.

La première est seulement le rappel de la polygonisation consécutive à l'aluminisation qui crée une modification structurale des grains primaires susceptible de retarder la cristallisation secondaire. La température de recristallisation secondaire des FeSi + Al correspond à peu près à la température de disparition de la polygonisation pour des recuits de longue durée.

Il est intéressant d'examiner les macrographies correspondant à ces échantillons, la fig.63 en donne quelques exemples où l'on notera en particulier l'évolution de la forme des grains traités dans la zone 800-860°C. La forme des grains des échantillons recuits au moins six heures est caractéristique d'une croissance primaire et non d'une recristallisation secondaire.

La seconde remarque concerne la nature des liaisons que peut avoir l'aluminium avec la seconde phase dissoute : S ou Se. Le tableau IV p.42 indique que le sulfure d'aluminium est très stable et en l'absence de données nous supposons qu'il en est de même pour le sélénium voisin dans le tableau périodique. Cette forte affinité de l'aluminium pour le soufre rend très probable une action de l'Al sur l'oligo-élément présent au joint de grain. En présence d'aluminium le soufre ou le sélénium n'ont plus de raison de demeurer aux joints de grain pour y contrôler la recristallisation secondaire. La diminution de la texture avec la pénétration de l'aluminium a probablement son origine dans ce type d'interaction.

L'allure générale des courbes $R = \frac{Ma}{M}$ en fonction de la température du recuit de diffusion s'explique alors en trois étapes.

Aux températures élevées $t > 940^{\circ}\text{C}$ la recristallisation se fait au cours du traitement préalable de diffusion. La pénétration de l'aluminium est plus lente que la recristallisation (fig.33 et 45) et la diffusion de l'aluminium se fait dans une matrice recristallisée sauf dans une zone superficielle d'environ 10 à 20 μm où il y a interaction. Cette zone est en fait importante car elle donne naissance à des grains hors texture qui ne peuvent plus être absorbés par les grains secondaires en texture Goss. On peut attribuer à cette zone superficielle les valeurs $\frac{Ma}{M} = R < 1$.

Aux températures intermédiaires $780 < t < 940^{\circ}\text{C}$ l'aluminium pénètre dans la tôle non recristallisée au cours du recuit de diffusion et désulfure les joints de grains. On se trouve alors dans une tôle sans seconde phase qui conduit par croissance primaire, au cours du recuit à 1150°C , à un réseau de grains hexagonaux et une texture floue du type Goss, classique dans les ferrites au silicium ou au silicium-aluminium.

Aux températures inférieures à 780°C on peut considérer qu'il n'y a pas pénétration de l'aluminium pendant le traitement de diffusion. Au cours du recuit de cristallisation les phénomènes se dérouleront suivant le schéma décrit pour les températures supérieures à 940°C .

Les hypothèses parfois discutables que nous avons retenues nous ont permis d'imaginer une interprétation qualitative des phénomènes de recristallisation des Fe-Si aluminisés. L'une des conséquences évidente de ce schéma, si on s'intéresse aux propriétés magnétiques liées à la texture : pertes, B_{10} , est qu'il faut découpler recristallisation et aluminisation.

C O N C L U S I O N

Dans ce travail nous avons d'abord relié quantitativement les propriétés intéressant l'électrotechnique : pertes, aimantation à saturation pratique, magnétostriction apparente à la désorientation des grains c'est-à-dire à la texture réelle des aciers. Nous avons souligné la baisse rapide des caractéristiques électrotechniques des aciers dès que l'on s'écarte de la texture idéale. Bien que les aciers fabriqués actuellement n'aient qu'un spectre de désorientation de leurs grains d'une largeur de ± 10 degrés on peut espérer des améliorations très sensibles en réduisant cette dispersion.

Les caractéristiques propres des alliages conditionnent indépendamment de la texture les performances des produits élaborés. L'examen de ces caractéristiques nous a permis de souligner le rôle des différents éléments alliés au fer dans les matériaux doux.

Cette synthèse conduit à envisager une méthode nouvelle pour enrichir en éléments d'alliages des produits au-delà de la limite technologique actuelle. L'application de cette méthode au couple FeSi - Aluminium a mis en évidence des phénomènes secondaires qui masquent presque dans tous les cas l'effet bénéfique attendu de l'enrichissement en élément d'alliage.

L'étude des alliages FeSi enrichis en aluminium nous a permis d'abord d'identifier ces phénomènes parasites, quelquefois de les éviter et accidentellement d'en tirer partie.

Nous avons tenté enfin d'intégrer l'addition de l'élément d'alliage à l'état solide à la recristallisation de l'alliage lui-même. La complexité des résultats résume bien l'état actuel de nos connaissances sur les matériaux magnétiques doux. Alors que la théorie des domaines permet l'interprétation des propriétés macroscopiques des produits texturés dans de nombreux cas, la connaissance fondamentale des processus de recristallisation est tellement peu avancée qu'elle ne permet même pas d'expliquer les phénomènes les plus simples.

ANNEXE A : ANGLES DE DESORIENTATION DANS LES ACIERS TEXTURES

ANNEXE B : OBSERVATION DES DOMAINES DE WEISS

La visualisation des domaines de Weiss utilise l'action, sur un faisceau de lumière polarisée, de l'aimantation de l'échantillon⁴⁴. Celle-ci produit dans certaines conditions une rotation du plan de polarisation de la lumière incidente qui dépend de son sens et de son intensité. La lumière réfléchie sur deux domaines aimantés alternativement présente une rotation inverse et ces deux domaines peuvent être rendus visibles.

Sur ce principe Schlenker et Brissonneau ont construit un microscopie très commode^(x) dont le schéma est donné fig.65. Nous l'avons utilisé avec des films Agfa H.P.4 pour les photographies.

Pour l'observation les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'au diamant puis électrolytiquement dans un bain chromique-acétique. Pendant le recuit de détente à 900°C nous réglons l'atmosphère du four (disposition de ferro-titane) pour obtenir une couche interférentielle sur les zones aluminisées. Celle-ci augmente le contraste et permet de les repérer (fig.48).

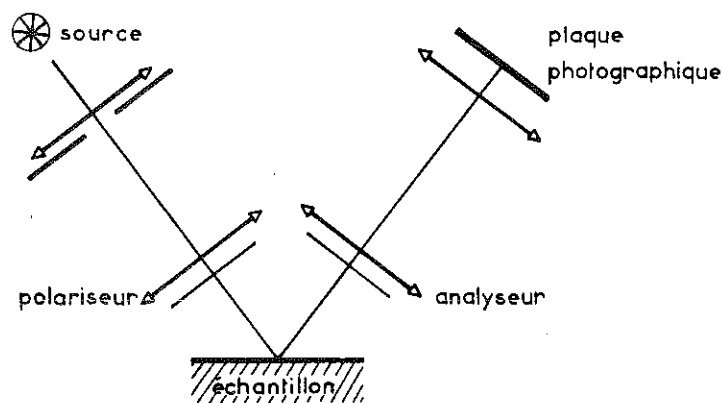


fig. 64 Principe du microscope à effet Kerr

(x) commercialisé par Nachet

B I B L I O G R A P H I E

=====

- 1 L.G. SCHULZ (1949) - J. Appl. Phys. 20 1030
- 2 C. KITTEL (1949) - Rev. Mod. Phys. 21 541
- 3 W.S. PAXTON - T.G. NILAN (1955) - J. Appl. Phys. 26 994
- 4 L.J. DIJKSTRA - U.M. MARTIUS (1953) - Rev. Mod. Phys. 25 146
- 5 P. BRISSONNEAU - M. SCHLENKER (1964) - C.R.A.S. 259 2089
- 6 A. HUBERT - W. HEINICKE - J. KRANZ (1965) - Z. Angew. Phys. 19 521
- 7 D. KUPPERS - J. KRANZ - A. HUBERT (1968) - J. Appl. Phys. 39 608
- 8 M. SCHLENKER (1970) - Thèse Grenoble
- 9 M.F. LITTMAN (1967) - J. Appl. Phys. 38 1104
- 10 K. FOSTER - J.J. KRAMER (1960) - J. Appl. Phys. 31 233-S
- 11 D.J. CRAIK - D.A. Mc INTYRE (1969) - I.E.E.E. Trans/Mag 5 378
- 12 H.J. WILLIAMS - W. SHOCKLEY - C. KITTEL (1950) - Phys. Rev. 80 1090
- 13 K.M. POLIVANOV (1952) - Izv. Akad. Nauk. S.S.S.R. - Ser. Fiz. 16 449
- 14 R.H. PRY - C.P. BEAN (1958) - J. Appl. Phys. 29 532
- 15 F. BRAILSFORD - R. FOGG (1966) - Proc. I.E.E. 113 1562
- 16 BRAILSFORD (1970) - Proc. I.E.E. 117 1052
- 17 G.L. HOUZE Jr. (1967) - J. Appl. Phys. 38 1089
- 18 T.R. HALLER - J.J. KRAMER (1970) - J. Appl. Phys. 41 1034
- 19 T.R. HALLER - J.J. KRAMER (1970) - J. Appl. Phys. 41 1036
- 20 J.N. SUN - T.R. HALLER - J.J. KRAMER (1971) - J. Appl. Phys. 42 1789
- 21 M Mc CARTY - G.L. HOUZE - F.A. MALAGARI (1967) - J. Appl. Phys. 38 1096
- 22 R.H. PRY (1959) - J. Appl. Phys. 30 189-S
- 23 R.C. HALL (1960) - J. Appl. Phys. 31 1037
- 24 T.F. FOLEY - D.A. LEAK - R.A. NEWBURY - A.R. POMEROY - A.R. MATTEWS - M.V. TOMKEIFF (1970) - J.I.S.I. 217 147
- 25 J.F. ELLIOTT - M. GLEISER (1960) - Thermochemistry for Steelmaking Addison Londres
- 26 D.A. LEAK et G.M. LEAK (1957) - J.I.S.I. 187 190
- 27 M. IMAI - K. FUJIMOTO - T. SAITO (1964) - Trans. J.I.M. Vol.5 254
- 28 M. IMAI - K. FUJIMOTO - T. SAITO (1965) - Trans. J.I.M. Vol.6 1
- 29 J.E. MAY - D. TURNBULL (1958) - Trans. A.I.M.E. 212 769
- 30 H.C. FIEDLER (1964) - Trans. A.I.M.E. 230 95

- 31 H.C. FIEDLER (1967) - Trans. A.I.M.E. 239 599
- 32 H.E. GRENOBLE - H.C. FIEDLER (1969) - J. Appl. Phys. 40 1575
- 33 S. TAGUCHI - A. SAKAKURA (1966) - Acta Met. 14 405
- 34 A. SAKAKURA (1969) - J. Appl. Phys. 40 1534
- 35 S. TAGUCHI - A. SAKAKURA (1969) - J. Appl. Phys. 40 1539
- 36 J.L. WALTER (1965) - J. Appl. Phys. 36 1213
- 37 C.G. DUNN - J.L. WALTER (1962) - Trans. A.I.M.E. 224 518
- 38 G.W. WIENER (1964) - J. Appl. Phys. 35 856
- 39 CARSLAW - JAEGER (1959) - Conduction of heat in Solids Oxford Univ. Press 2e ed. 1959 - P 99 à 101
- 40 A. ANGOT (1957) - Compléments de Mathématiques 3e ed. Rev. Opt. - p710 à 714
- 41 L.S. AMES - G.L. HOUZE - W.R. BITLER (1969) - J. Appl. Phys. 40 1577
- 42 P. BRISSONNEAU - G. COUDERCHON (1967) - Etude de l'amélioration des pertes dans les aciers au Silicium par dépôt et diffusion du Silicium (non publié)
- 43 C.A. CLARK - J.J. MASON - P.B. MEE (1966) - Proc. I.E.E. 113 345
- 44 M. SCHLENKER (1964) - Thèse de 3e cycle Grenoble (1964)
- 45 P.W. NEURATH (1954) - Electrical Engineering 73 991
- 46 A. TAYLOR - R.M. JONES (1958) - J. Phys. Chem. Solids 6 16
- 47 A. GUINIER - J. TENNEVIN (1949) - Acta Cryst. 2 133
- 48 L. RIMLINGER (1965) - Thèse Nancy
- 49 L. NEEL (1954) - J. Phys. Radium 15 225
- 50 G.G. DUNN - J.L. WALTER (1965) - Recrystallization Grain Growth and textures p 461 - Seminar A.S.M.
- 51 K. LUCKE - K. DETERT (1957) - Acta Met. 5 628
- 52 J.W. CAHN (1962) - Acta Met. 10 789
- 53 K. NAKANICHI - Y. SAKAMOTO - K. TSURUOKA - M. IMAI (1972) Acta. Met. 20 669
- 54 H.C. FIEDLER (1967) - Trans. A.I.M.E. 239 260

TABLE DES MATIERES

=====

INTRODUCTION

=====

1ère Partie : RELATIONS ENTRE LA TEXTURE ET LES PROPRIETES MAGNETIQUES DANS LES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES

Chapitre I : Les aciers au silicium texturés

I.1. Rappel	3
I.2. Définition et mesure des textures	4
I.2.a. Définition	4
I.2.b. Figures de pôles	5
I.2.c. Courbes de couple	6
I.3. Texture réelle, distribution des désorientations dans les échantillons polycristallins	6
I.4. Estimation des courbes de couple des échantillons polycristallins en texture imparfaite	6
I.4.a. Texture Goss	6
I.4.b. Texture cubique	9
I.4.c. Détermination des textures par mesure de couple	9

Chapitre II: La configuration des domaines dans les aciers texturés et ses conséquences

II.1. La configuration des domaines dans les aciers en texture Goss	12
II.1.a. Grains en texture presque parfaite	12
II.1.b. Grains en texture imparfaite, rôle des surfaces	13
II.1.c. Quelques géométries de domaines de fermeture en l'absence de champ dans les aciers Goss	15
II.1.d. Configuration des domaines dans les aciers en texture cubique	16
II.2. L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ des aciers Goss et cubiques	16
II.2.a. L'aimantation à saturation pratique B_{10} dans un grain	16
II.2.b. L'aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ d'un échantillon en texture Goss imparfaite	18

II.2.c. Aimantation à saturation $\bar{B}_{10}$ d'échantillons Goss peu désorientés	19
II.2.d. Aimantation à saturation pratique $\bar{B}_{10}$ d'échantil- lons cubiques	21
II.3. La magnétostriction apparente des aciers texturés	23
II.3.a. Introduction	23
II.3.b. Magnétostriction apparente d'un échantillon Goss	24
II.3.c. Magnétostriction apparente d'un échantillon cubique	26
Chapitre III : <u>Les aciers soumis à un champ alternatif : Les pertes</u>	27
III.1. Les pertes dans les aciers à usage électrotechnique aspect théorique	27
III.1.a. Modèle classique	27
III.1.b. Modèle à parois	28
III.1.c. Vérifications expérimentales	30
III.2. Les parois réelles dans un champ alternatif Conséquences	31
III.2.a. Dans les champs faibles	31
III.2.b. Dans les champs moyens	33
III.3. Estimation de la variation des pertes avec la texture dans les aciers Goss soumis à des inductions moyennes	35
2ème Partie : PRINCIPES DE LA FABRICATION DES ACIERS AU SILICIUM TEXTURES	39
Chapitre IV : <u>Le choix des alliages</u>	39
IV.1. Les caractéristiques électromagnétiques des alliages du fer	39
IV.2. Les caractéristiques physico-chimiques des alliages du fer	41
IV.2.a. Les imperfections physiques	41
IV.2.b. Les imperfections chimiques	42
Chapitre V : <u>La texture</u>	44
V.1. La recristallisation en texture Goss des alliages FeSi	44

V.1.a. La recristallisation secondaire	44
V.1.b. La recristallisation secondaire par inhibition préférentielle	45
V.2. La recristallisation en texture cubique	46
3ème Partie : L'ADDITION D'ELEMENTS D'ALLIAGE A UN Fe-Si A L'ETAT SOLIDE - LES ACIERS GOSS FeSi + Al	49
Chapitre VI : <u>L'addition d'éléments d'alliage à l'état solide, ses conséquences</u>	50
VI.1. Principe de traitement	50
VI.2. Répartition de l'élément d'alliage après diffusion	51
VI.3. Calcul des pertes dans une tôle à concentration variable	52
VI.4. Le comportement des plaques composites au début des traitements de diffusion	55
Chapitre VII: <u>Préparation et traitement des échantillons</u>	57
VII.1. Matériau de départ	57
VII.2. L'aluminisation	57
VII.2.a. L'aluminisation par évaporation sous vide	58
VII.2.b. L'aluminisation par feuille	59
VII.3. Les recuits de diffusion	59
Chapitre VIII: <u>Les mesures en courant alternatif : Pertes et Magnétostriction apparente</u>	60
VIII.1. Les pertes	60
VIII.1.a. Epstein modifié	60
VIII.1.b. Cadre une bande	61
VIII.2. La magnétostriction apparente	63
VIII.2.a. Intérêt de la mesure	63
VIII.2.b. Appareillage	63
VIII.2.c. Fiabilité de la mesure	66
Chapitre IX : <u>Etude expérimentale de l'addition d'aluminium à un FeSi en phase solide</u>	68
IX.1. L'absorption de l'aluminium par le FeSi	68
IX.1.a. Quelques propriétés du FeSi plaqué après diffusion à 900°C	68

IX.1.b. Analyse de la concentration en Al dans l'épaisseur de la tôle	70
IX.1.c. Etude microscopique de la surface en lumière polarisée	70
IX.1.d. Etude aux Rayons X	71
IX.1.e. Interprétation qualitative	72
IX.2. La couche diffusée FeSi-Al	72
IX.2.a. Le composé ordonné Fe_3Al	72
IX.2.b. La surstructure d'orientation magnétique	74
 Chapitre X : <u>Modification des caractéristiques électrotechniques des aciers Goss par enrichissement en aluminium</u>	 77
X.1. Définition d'un traitement	77
X.1.a. La formation simultanée du composé ordonné Fe_3Al et de la surstructure magnétique	77
X.1.b. Définition des traitements	78
X.2. Résultats expérimentaux	79
X.3. Interprétation	81
 Chapitre XI: <u>Etude expérimentale de l'addition en phase solide d'aluminium à un FeSi non recristallisé</u>	 83
XI.1. Recristallisation et texture	83
XI.1.a. Les théories formelles de la recristallisation	83
XI.1.b. La microscopie de la recristallisation	84
XI.1.c. Seconde phase et texture dans le FeSi Une hypothèse	85
XI.2. Recristallisation et aluminisation	87
XI.2.a. La méthode d'étude	87
XI.2.b. Macrographie de la recristallisation	87
XI.2.c. Influence de la pénétration de l'aluminium	87
XI.2.d. Une interprétation	90
 CONCLUSION =====	 91
- Annexe A : Angles de désorientation dans les aciers texturés	92
- Annexe B : Observation des domaines de Weiss	93
- Bibliographie	94
- Table des matières	96

Thèse Couderchay -
11.1.73 à 17h.

Dernière page d'une thèse

VU
Grenoble, le 29 NOV 1972
le Président de l'Institut
National Polytechnique,
Président de la thèse



Professeur L. NÉEL
MEMBRE DE L'INSTITUT
DIRECTEUR DU LABORATOIRE
DE MAGNÉTISME

VU, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

le Président de l'Université
Scientifique et Médicale

