

# Nouvelles tôles magnétiques Fe-Co “Fully Process” pour machines à grande vitesse

Thierry WAECKERLE<sup>1</sup>, Rémy BATONNET<sup>1</sup>, Thomas WERY<sup>2</sup>, Frédéric PETIT<sup>2</sup>  
Aperam Alloys Imphy, 58160 Imphy, France, <sup>1</sup>R&D/Centre de Recherche, <sup>2</sup>Département Feuillard

**RESUME** -En prenant une voie différente de celle utilisée ces dernières décennies par la formation irréversible de précipités durcissants, de nouveaux feuillards FeCo à haute limite élastique ont été mis au point par un procédé spécifique basé sur un recuit défilé et une cristallisation partielle contrôlée de l'alliage industriel Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub>. Grâce à un phénomène d'amélioration de ductilité pour un état partiellement cristallisé et désordonné, certaines propriétés s'avèrent très intéressantes pour les applications électrotechniques : limite élastique réglée jusqu'à 1000MPa même pour des feuillards minces, découabilité aisée à la presse des rotors et stators sur ces matériaux pré-recuits (impensable après recuit statique habituel), possibilité de retrouver de très faibles pertes magnétiques si un recuit supplémentaire dédié est appliqué aux pièces découpées... Cette innovation majeure sera décrite en détail.

**Mots-clés**— FeCo, fully process, Haute limite élastique, recristallisation, propriétés magnétiques, génératrice électrique

## 1. INTRODUCTION

### 1.1. Une tendance du marché électrotechnique embarqué

Depuis quelques années, il se confirme une tendance à la montée significative en puissance électrique embarquée des avions, du fait de nombreux équipements électriques et électroniques supplémentaires, et en particulier le basculement progressif des actionneurs hydrauliques vers des actionneurs hybrides hydrauliques et électriques (EHA) puis dans un 2<sup>ème</sup> temps vers des actionneurs électromagnétiques (EMA). Pour accroître de plus de 50 la puissance électrique embarquée (puissance = couple x vitesse x volume), trois pistes peuvent être empruntées avec des fortunes inégales :

- accroître le couple (en particulier lié à la structure électrotechnique et à l'approche à saturation du matériau magnétique). Malheureusement les structures de ces machines synchrones sont déjà très optimisées et l'utilisation des Fe50%Co (qui présente la saturation la plus élevée des alliages magnétiques connus) est déjà un optimum technique,

- accroître le volume de la machine (en particulier sa longueur et son diamètre) : cela se fera au prix d'un accroissement significatif des masses embarquées, ce qui est inadmissible en avionique,

- accroître la vitesse de rotation (par exemple d'un facteur 2 en passant de 12000 tr/min à 24000 tr/min) est donc la seule voie qui permette ce fort gain de puissance électrique sans accroître la masse embarquée. Cependant le cahier des charges de l'alliage en est changé car en plus des performances magnétiques, celui-ci doit fonctionner sous des forces

centrifuges (proportionnelles au carré de la vitesse) beaucoup plus élevées qui doivent rester en deçà de la limite élastique des matériaux, et cela d'autant plus que un facteur de sécurité important est introduit au dimensionnement sur le besoin minimum en limite élastique. Pour les nouvelles génératrices aéronautiques, les moteurs et actionneurs rotatifs à vitesse élevée, les paliers magnétiques ... les demandes des industriels électrotechniciens sollicitent de plus en plus des niveaux de limite élastique d'au moins 600 MPa (nous parlerons alors de matériaux HLE Haute Limite Elastique) [1].

### 1.2. Les feuillards FeCo haute perméabilité d'aujourd'hui: seulement du “ semi-process »

Les alliages magnétiques doux Fe-Co présentent une aimantation à saturation  $J_s$  supérieure de 20% à celle des aciers électriques Fe-3%Si. Du fait du prix du cobalt ils sont réservés aux cas où l'accroissement de densité de puissance électrique ou électromécanique est justifié économiquement, tel que les machines électriques embarquées de l'aéronautique, du spatial, du médical, de la micro-électrotechnique, de l'automobile, des armements, de certains instruments scientifiques. Il existe différents alliages Fe-Co (Fe-18%Co-X, Fe-27%Co, Fe-49%Co-2%V en %at) pour répondre à ces marchés et applications en termes de compromis coût-performance ou force/couple-dynamique d'aimantation [2].

L'énergie magnétocristalline  $E_{K1}$  étant fortement dépendante du taux de cobalt et passant par 0 vers la composition équiatomique [2], on obtient ainsi vers cette composition des propriétés magnétiques très douces. L'alliage industriel correspondant (et depuis longtemps) est le plus produit des alliages FeCo, est allié de 2% de vanadium ce qui lui permet non seulement un faible champ coercitif ( $H_c \approx 20-50A/m$ ) mais aussi de faibles pertes magnétiques. [4].

L'alliage équiatomique Fe-Co (avec 2%V) – cubique centré et désordonné jusqu'à 880°C - se caractérise par une transformation ordre/désordre très rapide vers 700°C, entraînant une très grande fragilité attribuée à la formation de la sur-structure  $L2_0$  [5-7]. Grâce à l'efficacité d'une trempe à l'eau au travers de la plage 20-700°C et au retard à la mise en ordre amené par le vanadium, le métal peut être conservé dans l'état désordonné (donc ductile) à température ambiante. On évite ainsi la mise en ordre fragilisante et le métal peut alors laminé à froid puis découpé en pièces avant recuit final [8-10].

Autour de 0 l'énergie  $E_{K1}$  dépend non seulement du %Co mais aussi du degré d'ordre du matériau: aussi on contrôle

précisément  $E_{K1} \approx 0$  en imposant une vitesse refroidissement optimale du type  $250^\circ\text{C/h}$  pour l'alliage  $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{49}\text{V}_2$  [11]. Ainsi les propriétés magnétiques de ces feuilles deviennent seulement dépendantes de la magnétostriction, dont les constantes  $\lambda_{100}$  et  $\lambda_{111}$  sont les plus élevées des alliages magnétiques doux métalliques polycristallins. Il en résulte que le matériau  $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{49}\text{V}_2$  – tel l'alliage industriel AFK502 – dispose à la fois de  $J_s$  élevé (2,35T), d'une perméabilité relative importante (5000 à 10 000 typiquement) et un faible champ coercitif  $H_c$ , des pertes magnétiques réduites  $W_B^f$  à basse fréquence  $f$  (50Hz-5kHz) pour une épaisseur adaptée  $t$ . Grâce à l'élimination par les aciéristes de la plupart des impuretés et des précipités nuisibles aux propriétés magnétiques, on obtient sur cet alliage en ep. 0,1mm (tore enroulé) des valeurs de  $H_c$  et  $W_{2T}^{400\text{Hz}}$  aussi basses que respectivement 20-40A/m et 25W/kg.

Toutes ces performances sont obtenues – on l'a vu – grâce à une "gamme" métallurgique qui contourne la très rapide mise en ordre fragilisante caractéristique de ce matériau. Comme les faibles pertes magnétiques souvent demandées nécessitent un recuit long, le traitement thermique industriel appliqué devrait alors être de type statique (appelé aussi « sous cloche » ou « en vase clos ») ce qui entrainerait nécessairement par inertie thermique une faible vitesse de refroidissement, une mise en ordre totale et une grande fragilité du feuillard bobiné. Le métal serait dans cette hypothèse indécoupable et même ...indéroulable ! Pour pallier ce problème rédhibitoire, les opérations sont inversées : les bobines de métal sont livrées dans l'état écroui (brut de laminage à froid) au découpeur qui fabrique ses pièces (rotor, stator, tore enroulé...). Une telle gamme s'arrêtant au laminage avant découpe est dite « semi-process » par analogie à la dénomination des aciers électriques FeSi. L'état écroui est donc le seul état accessible actuel des feuillards FeCo avant découpe. Cette seule gamme « semi-process » a aussi quelques autres conséquences :

- Durant le recuit final statique, la texture change significativement et provoque une déformation des pièces prédécoupées, particulièrement dans certaines géométries sensibles comme les "E" de noyau de transformateur. La seule solution actuelle est d'anticiper ces déformations par la matrice de découpe et de couteux essais préliminaires.
- Le recuit final a aussi pour objectif dans certains cas (rotor) de régler la balance entre propriétés mécaniques et magnétiques qui jouent dans des directions opposées [11] (voir ci-après). Hors les hautes performances mécaniques (>500MPa) deviennent très sensibles au taux de cristallisation  $T_X$  ou à la taille de grain TG lorsque la microstructure est très fine ( $\sim \mu\text{m}$ ), donc très sensibles à la température de recuit. Comme celle-ci est difficile à contrôler précisément et aussi parce que des recuits en « vase clos » ne peuvent durer quelques minutes (maximum nécessaire pour obtenir des matériaux partiellement cristallisés), les pièces actuelles issues de « semi-process » sont limitées à des limites élastiques  $R_{0,2}$  de 500MPa dans les recuits statiques.

### 1.3. Les tentatives antérieures de FeCo HLE

Depuis 40ans la plupart des informations techniques pertinentes sur ce sujet ont été principalement publiées au travers des brevets. Jusque dans les années 60 le principal brevet des producteurs américains était le contrôle de la taille de grain de la bande laminée à chaud et la formation de phase secondaire fragilisante, afin de pouvoir laminier à froid les feuillards Fe-Co de façon ductile. Dans ce procédé « semi-process » qui dure jusqu'à maintenant, la limite élastique vaut de 200 à 500MPa selon les paramètres du recuit final exécuté entre  $720$  et  $880^\circ\text{C}$ , exécuté sur pièces dans la forme finale d'utilisation. Dans les années 90 la 1<sup>ère</sup> tentative pour obtenir des feuillards FeCo HLE vient de Carpenter Tech. Co. [12] en accroissant de taux de Niobium existant jusqu'à 0,2-0,4%Nb, valable sur des matrices aussi bien pré-alliées en V qu'en Ta : on obtient alors  $R_{0,2} = 600\text{-}650\text{MPa}$  après un recuit basse température ( $730 - 760^\circ\text{C}$ ) et des pertes magnétiques modérées. En effet au delà de 0,2%Nb des 2<sup>ndes</sup> phases de type phases de Laves  $\text{Nb}(\text{Fe},\text{Co})_2$  inhibent efficacement la croissance de grain et accroissent  $R_{0,2}$ . On peut atteindre  $R_{0,2} = 650\text{MPa}$  avec  $W_{2T}^{400\text{Hz}} = 150\text{W/kg}$  pour  $t=0,15\text{mm}$ . Mais aucun exemple dépasse 650MPa de limite élastique.

Quelques années après Telcon Co. propose sa propre solution HLE à partir d'un alliage FeCo équiatomique avec 0,2%Ta [13] et des ajouts durcissants de Nb et/ou V: alors 700Pa and 240W/kg ( $t=0,35\text{mm}$ ) sont respectivement atteints.

La même année (1998) Aperam-Imphy Co. propose [14] une autre solution à 2%V, caractérisée par une addition conjointe de Nb, Ta et B, permettant d'atteindre  $R_{0,2} = 670\text{MPa}$  et  $W_{2T}^{400} = 164\text{W/kg}$ . Ici les forces de freinage des joints de grain, favorisées par les gros atomes de Ta et les phases de Laves alliées en Nb, sont complétées par des borures ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ) et sulfures afin d'entraver le mouvement des dislocations.

Plus récemment (2005), Vacuumschmelze Co. a développé un alliage Fe-Co HLE [15] base sur l'addition de Zr et la formation de phases de Laves à base de Zr. La publication n'offre que l'exemple d'un alliage équiatomique Fe-Co ayant  $H_c=880$  A/m et  $R_{0,2} = 800\text{MPa}$  mais sans données de pertes magnétiques. En utilisant nos propres données expérimentales et corrélations (voir ci-après), il apparaît qu'un tel  $H_c$  correspond à des pertes de 400W/kg à 2T/400Hz (Fig. 1).

On peut ainsi considérer que 700-750MPa est le maximum accessible de limite élastique pour les solutions métallurgiques utilisant le renforcement mécanique par solution solide, et la précipitation de 2<sup>nd</sup>e phase telle que phase de Laves type  $(\text{Nb},\text{Zr})(\text{Fe},\text{Co})_2$  ou des borures  $\text{Fe}_2\text{B}$  pour inhiber la croissance de grain. Il a été aussi montré qu'un excès de précipitation rend le matériau ductile.

En 2002 de très hautes limites élastiques sont obtenues (typiquement 1200MPa) dans les Fe-Co en introduisant aussi une précipitation de phase austénite (grâce à 3,5%V) et aussi par co-précipitation de petites phases de Laves phases issues des additions de Nb, B, W and Mo. Cet alliage est dédié HLE à des applications à températures élevées telles que  $500^\circ\text{C}$ . Une valeur-type de  $H_c$  de 4800 A/m conduit par extrapolation (Fig. 1) à des pertes magnétiques énormes en ep. 0,35mm (2000W/kg à 2T/400Hz).

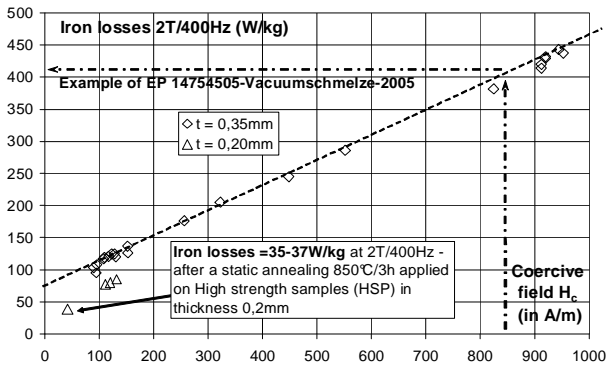


Fig. 1. Mise en évidence de la relation linéaire entre  $H_c$  et les pertes magnétiques dans le cas des FeCo équiatomique HLE (et  $H_c$  accru), de l'AFK502FP; Pertes magnétiques extrapolées de  $H_c$  du brevet EP14754505

- Considérant, de cet état de l'art Fe-Co équiatomique, que :
- la limite élastique ne peut dépasser 500MPa après recuit industriel statique sur des pièces découpées sur les alliages conventionnels (pas de précipitation)
  - l'adjonction de précipité (2ndes phase) est compatible avec la gamme « semi-process », accroît la limite élastique accessible jusqu'à 700-750MPa seulement, et de façon irréversible
  - l'adjonction encore plus forte d'inhibiteurs de croissance (Nb, Zr...) et surtout de fine précipitation de carbures ou phases intermétalliques se ferait avec une perte considérable de performances magnétiques (pertes) et d'aimantation à saturation, ainsi qu'une réduction significative de ténacité et tenue en fatigue
- une voie nouvelle basée sur la cristallisation partielle et une « gamme » métallurgique de type « Fully Process » a été mise au point. Cette solution est développée actuellement par Aperam-Imphy à partir des mêmes alliages élaborés, puis transformés à chaud et à froid, et fait l'objet de cet article.

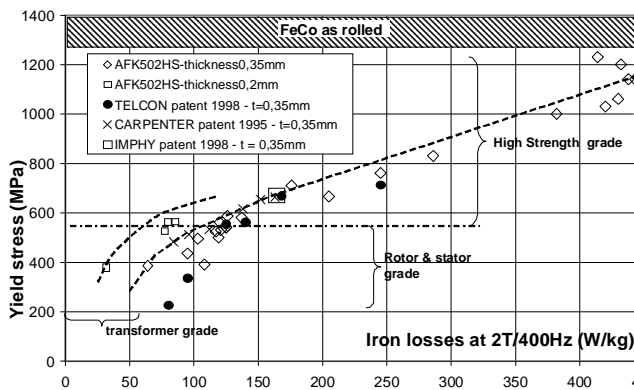


Fig. 2. Pertes magnétiques à 2T/400Hz en fonction de  $R_{0,2}$  rassemblant l'art antérieur "semi-process" standard ou HLE, et les nouvelles solution Fully Process AFK502FP, en ép. 0,2 et 0,35mm.

## 2. LA VOIE METALLURGIQUE A CRISTALLISATION PARTIELLE

Il y a 40 ans Thornburg a montré [16] sur alliage équiatomique FeCo en feuillard que – au lieu d'un long recuit statique entre 720 et 880°C se terminant inmanquablement dans le domaine désordonné et donc fragile (voir précédemment) – un recuit statique pratiqué dans le haut de la plage de température du domaine ordonné (soit 600-700°C) et suivi d'un refroidissement rapide pouvait permettre un accroissement significatif de  $R_{0,2}$  jusque vers 1000MPa (résultat de la cristallisation partielle) et surtout développer une ductilité inattendue dans le domaine de mise en ordre (allongement réparti supérieur à >10%). Une telle matrice partiellement cristallisée (fraction  $T_X$ ) faite de zones restaurées et de germes de cristaux ordonnés fragiles constituerait selon toute hypothèse un composite moins fragile qu'un matériau complètement cristallisé et totalement ordonné, à moins que ce soit plutôt un équilibre contrôlé par  $T_X$  et la vitesse de refroidissement entre les superdislocations (caractéristiques de la mise en ordre) et les domaines d'antiphase cisailés (caractéristiques des zones désordonnées) [8].

Du fait de la forte inertie thermique d'un four industriel statique, la restauration et la recristallisation ne peuvent affecter au même moment le centre et la surface d'une bobine de feuillard de FeCo en cours de recuit: la conséquence en serait une grande hétérogénéité de caractéristique magnétiques et mécaniques entre surface et Coeur. Il en est de même pour le refroidissement en fin de recuit. A l'inverse le recuit au défilé apparaît idéal de ce point de vue puisque chaque portion de métal d'une bobine qui se déroule a exactement la même histoire thermique, donc en principe la même microstructure et les mêmes performances finales. Nous allons successivement nous rapprocher d'un recuit au défilé industriel dans les parties suivantes.

### 2.1. Expériences menées

Deux coulées industrielles d'alliage AFK502 (Fe-49%Co-2%V-0,04%Nb) dévolu traditionnellement aux applications embarquées, ont été – en suivant la "gamme" semi-process" laminés à chaud jusqu'à ép. 2mm, réchauffé avant hyper-trempe dans l'eau puis laminé à froid dans des épaisseurs de 0,2 ou 0,35mm. A ce stade "semi-process" des rondelles de diamètres 36x30,5mm et des éprouvettes de traction sont découpées dans le métal écroui, puis recuits en vase clos à une température  $T_{an}$  Durant le temps  $t_{an}$ , dans un four de laboratoire.  $H_c$  est mesuré sur un coercimètre Forster. Les pertes magnétiques  $W_{2T}^{400Hz}$  sont obtenues par la méthode de type transformateur de la norme CEI [18] en utilisant une intégration numérique; la limite élastique en traction  $R_{0,2}$  est obtenue avec une faible vitesse de chargement.

**Expérience 1:** les échantillons d'ép. 0,35mm sont recuits plusieurs heures (voir l'insert de Fig.3) à  $T_{an}$  compris entre 720 and 880°C. L'expérience 1 représente la pratique industrielle « semi-process » actuelle ( $R_{0,2} < 550MPa$ , cf Fig. 3).

**Expérience 2:** on simule ici encore un recuit "vase clos" mais avec une basse température  $T_{an}$  (710°C) afin de contrôler la cinétique de cristallisation par le temps de recuit  $t_{an}$  et ainsi de pouvoir accroître sensiblement  $R_{0,2}$  (Fig. 3) jusqu'à

900MPa. Cela montre une fois encore que des performances HLE sont possibles sur un tel alliage Fe-Co. Malheureusement, comme déjà mentionné, l'inertie thermique des fours industriels ne permet de tels cycles thermiques ; cette simulation de laboratoire ne peut donc être transposée

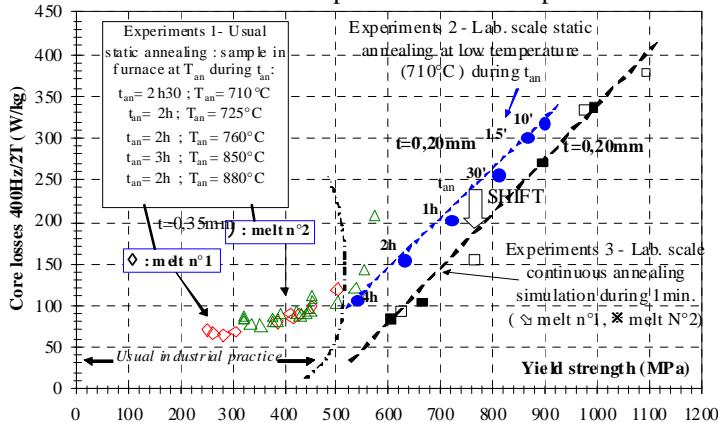


Fig. 3. Limite élastique en fonction des pertes magétiques à 400Hz/2T comparant 3 types de traitement thermique final: cas 1- gamme "semi process" suivie d'un recuit vase clos conventionnel entre 720 et 880°C, cas 2- gamme "semi process" suivie d'un recuit vase clos basse température 710°C en laboratoire et des temps très variables de recuit, cas 3- simulation de recuit au defile en laboratoire.

Des micrographies des états métallurgiques type obtenus (Fig. 4) ont été traités par analyse d'image pour extraire la fraction cristallisée  $T_X$  en la supposant homogène dans l'épaisseur.  $T_X$  est la grandeur essentielle (avec le taux de mise en ordre) pouvant permettre de relier l'état solide dumétal avec ses performances magnétiques ou mécaniques (voir Table 1 par exemple

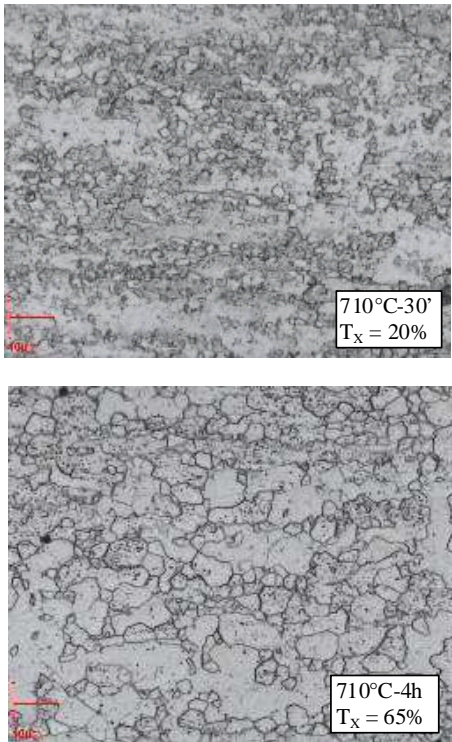


Fig. 4. Micrographies de 2 états partiellement cristallisés de l'alliage AFK502 industriel après recuit statique à  $T^{re}$  (Laboratoire)

Temps de recuit $t_{an}$ (min.)	Polarisation à 1600 A/m (T)	$H_c$ (A/m)	Pertes magn. 400Hz/2T (W/kg)	$R_{0,2}$ (MPa)	$T_X$ (%)
10	1,943	880	319	896	
15	1,963	832	302	863	
30	1,986	704	257	807	20%
60	2,033	560	203	718	35%
120	2,086	408	156	629	50%
240	2,153	272	107	538	65%

Table 1. Propriétés magnétique et mécanique d'un  $Fe_{49}Co_{49}V_2$  (AFK502) industriel après recuit statique à  $710^{\circ}C$ .

**Expérience 3 :** un recuit au défilé est simulé en laboratoire à une température  $T_{an}$  pour une durée figée à 1 minute : une plage plus grande de limite élastique est alors obtenue (jusqu'à 1100MPa) et plus surprenant les pertes magnétiques sont abaissées de 20-30% à limite élastique donnée, par comparaison à l'expérience 2 (Fig. 3). Par exemple si une limite élastique de 800MPa est nécessaire en ep 0,2mm, des pertes magnétiques à 2T/400Hz de 200W/kg peuvent être espérées par recuit au défilé, bien meilleur que les 260W/k accessible par recuit statique basse température. Ainsi le recuit défilé apparaît encore plus intéressant que le recuit statique dans le compromis entre performances magnétique et mécanique, tout en étant pas soumis à l'inertie thermique du recuit vase clos.

**Expérience 4 :** à partir de l'expérience 3 et de la connaissance du transfert thermique convectif+rayonnement des fours industriels, l'obtention de microstructures partiellement cristallisées à vitesses de défilement élevées est obtenue. Contrairement au recuit statique la température  $T_m(t)$  du métal change de façon croissante avec le temps  $t$  de traverse du four, sans forcément atteindre la température  $T_{an}$  d'homogénéisation préalable du four. Nous avons montré que les morphologies de microstructure et les textures des expériences 2, 3 et 4 pour un niveau de pertes magnétiques données : en particulier la fraction cristallisée  $T_X$  est identique. Nous avons alors choisi les données de l'expérience 2 – plus facile à modéliser thermiquement – pour relier  $T_X$  aux propriétés finales : supposant que la variation temporelle de  $T_X$  est proportionnelle à la diffusivité et inversement proportionnelle au temps alors il vient :

$$\frac{\delta T_X}{\delta t} = \frac{D(T)}{t} \quad (1)$$

qui conduit à  $T_X(t)=D(T).ln(t) + constante$  (2)

Les équations (1) and (2) décrivent seulement la recristallisation après le temps d'incubation des germes ( $t>0$ ). Le comportement logarithmique avec le temps de  $T_X$  est également vérifié pour  $H_c$  et  $R_{0,2}$  (figure 5). En (1) et (2),  $T_m \approx T_{an}$  dans l'expérience 2 car le temps  $t_{an}$  est d'au moins 10min. (le régime thermique permanent est atteint) tandis que dans les expériences 3 et 4 (voir après) le régime thermique transitoire

conduit à un profil  $T_m(t)$  non constant, et à un calcul plus complexe pour obtenir  $T_X(t)$  à partir (1). Quel que soit le cas d'expérience, le procédé de recuit au défilé se caractérise par un thermogramme  $T_m(t)$  résultant des caractéristiques du four, de l'environnement et de la vitesse de bande, qui contrôlent la cinétique de cristallisation  $T_X(t)$  et les propriétés finales.

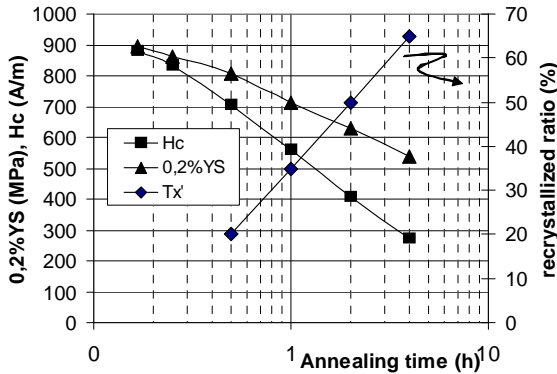


Fig. 5. Cinétique de cristallisation ( $T_X$ ) et propriétés finales (limite élastique et champ coercitif  $H_c$ ) de feuillard FeCo équiatomique partiellement recristallisé

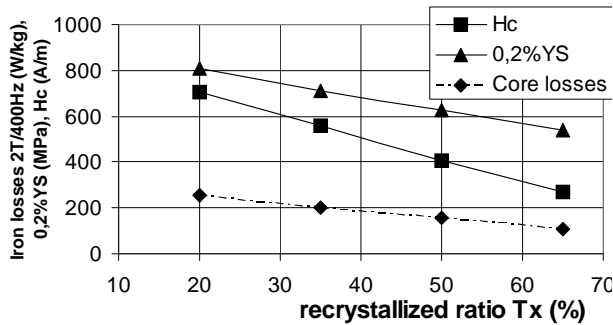


Fig. 6. Relations linéaires entre propriétés magnétiques et mécaniques d'une part, fraction cristallisée  $T_X$  de l'autre.

Expérience 4 : l'expérience 4 est menée avec recuit au défilé industriel dans un four de 10m de long, préchauffé à 820°C (Tan), dans lequel la bande d'AFK502 issue d'une gamme « semi-process » défile entre 0,1 et 5m/min. Des feuillards d'épaisseur 0,1 0,2 et 0,35mm, ainsi recuit par ce procédé, montrent (Fig. 2) qu'il est possible industriellement de produire de hautes limites élastiques dans une large plage et jusqu'à 1000-1200 MPa, grâce à un procédé assez simple à contrôler. Nous appelons ce procédé de recuit HSP "High Strength Process", formant au global une gamme métallurgique « Fully Process » c'est à dire une combinaison de procédés permettant de fournir aux clients un feuillard pré-recuit et néanmoins supportant bien la découpe de pièces électrotechniques.

### 3. COMPORTEMENT PHYSIQUE DU FECo "FULLY PROCESS"

#### 3.1. Lien empirique entre métallurgie et magnétisme

Depuis les travaux anciens de Kersten and Neel, il est bien connu et souvent vérifié dans les matériaux magnétiques doux que le champ coercitif  $H_c$  se comporte à l'inverse de la taille de grain TG et aussi que de façon indépendante  $H_c$  est

proportionnel à la fraction volumique  $N$  de précipité :

$$H_c \approx a + \frac{b}{TG} + c.N \quad (3)$$

La loi  $H_c$ -TG a été plusieurs fois vérifiées par différents chercheurs [7,18-20] dans le cas des feuillards FeCo (Fig. 7)

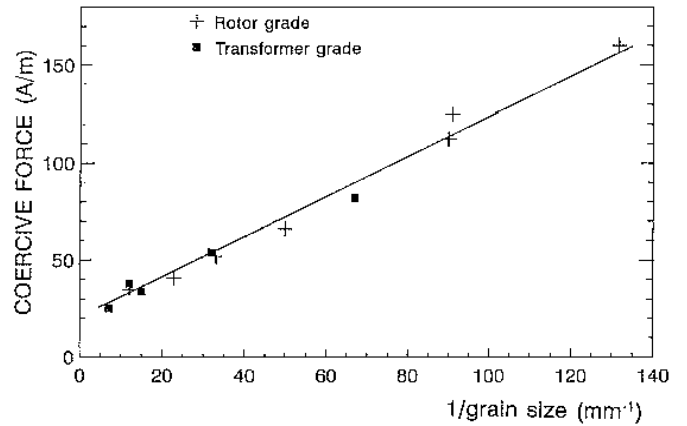


Fig. 7. Relation linéaire entre l'inverse de taille de grain et  $H_c$  dans le cas de feuillard Fe-49%Co-2%V industriel complètement recristallisé (from [6]).

#### 3.2. Lien empirique entre métallurgie et mécanique

De la même façon la limite élastique est connue depuis longtemps également pour sa dépendance en inverse de la racine de TG (loi de Hall-Petch) :

$$R_{0,2} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{TG}} \quad (4)$$

où  $\sigma_0$  est la constante de friction du monocristal correspondant. En combinant les 2 expressions (3) et (4), une loi parabolique est obtenue entre  $H_c$  and  $R_{0,2}$  avec une assez bonne cohérence avec les résultats expérimentaux (Fig. 8) dans le cas d'alliages industriels FeCo équiatomiques conventionnels (« semi-process » et recuit vase clos sur des alliages AFK502 à élaboration habituelle – appellation « Rotor » - ou des alliages à élaboration poussé en purification – appellation « transformer ») :

$$H_c - (c.N + a) = \frac{b}{k^2} (R_{0,2} - \sigma_0)^2 \quad (5)$$

On notera que (4) et (5) ne sont valables que pour des matériaux totalement cristallisés (seule la croissance de grain amène les modifications de propriétés). Plus récemment il a été montré que dans les feuillards FeCo partiellement recristallisés [18] que l'espacement entre joints  $d_s$  (signifie la longueur moyenne d'écartement entre joints, sous-joints, macles quelque soit leur nature) joue exactement le même rôle que la taille de grain TG dans les feuillards complètement cristallisés :

$$H_c \approx a' + \frac{b'}{d_s} \quad (6a) \quad \text{et} \quad R_{0,2} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d_s}} \quad (6b)$$

En s'appuyant sur la figure 6, il apparaît une relation empirique linéaire:



pour  $0 \leq T_X \leq 1$   $H_c = (H_c)_{\text{écroui}} - C.T_X$  (7)

avec C défini via (6) selon  $H_c(T_X=1) = (H_c)_{\text{écroui}} - C = H_c$ .

On obtient alors une expression plus générale de  $H_c$ :

$$H_c \approx (1 - T_X) H_c^{\text{écroui}} + T_X \left[ a + \frac{b}{TG} + c.N \right] \quad (8)$$

L'éq. (8) permet ainsi une évolution continue de  $H_c$  depuis la cristallisation partielle jusqu'aux microstructures 100% cristallisées à gros grains.

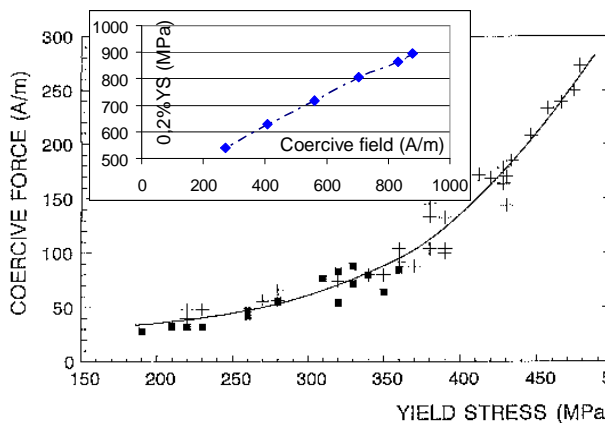


Fig. 8. Loi parabolique de  $H_c$  en fonction de la limite élastique dans le cas de feuillard FeCo équiatomiques complètement recristallisés par recuit statique [6]; l'insert montre comparativement la relation linéaire dans le cas HSP de matrices partiellement cristallisées

Ainsi il apparaît que dans le cas matrice partiellement cristallisée  $H_c$  et  $R_{0,2}$  sont liés linéairement au travers de  $T_X$  (Fig. 6 et insert de Fig.8), tandis que dans le cas de matrice 100% cristallisée la relation  $H_c - R_{0,2}$  devient parabolique en (5) et Fig. 8. Nous pensons ce changement d'évolution correspond à une différence de mécanisme d'interaction entre d'une part l'énorme épingleage de paroi de Bloch sur les défauts des zones non cristallisées, et d'autre part sur l'épingleage des domaines de fermeture (issu des désorientations entre grains) au joint de grain pour les matrices cristallisées.

### 3.3. Origine de la baisse des pertes magnétiques par recuit au défilé à $R_{0,2}$ imposé

Nous avons montré qu'à limite élastique donnée, une baisse significative des pertes magnétiques s'opère lorsqu'un recuit final au défilé est substitué au recuit statique. Cela revient à constater un accroissement de limite élastique à pertes magnétiques données (expériences 2  $\rightarrow$  3). Une étude systématique de ce phénomène a été menée en [18] entre 2 échantillons des expériences 2 et 3 avec des pertes identiques. La même texture a été constatée selon des composantes majoritaires en fibre  $\alpha$   $\{hkl\} \langle 110 \rangle$  et  $\{111\} \langle 112 \rangle$ , tandis que la microstructure est également identique. Par contre le degré d'ordre, mesuré indirectement par mesures de résistivité électrique et par mesures directe en diffraction de neutron, apparaît clairement différent. Donc la vitesse de refroidissement élevée du recuit au défilé a permis d'éviter significativement la mise en ordre complète du matériau.

Partant d'un recuit statique, la question reste posée de savoir si le décalage de la loi « Pertes magn.-limite élastique » mise en évidence par recuit au défilé fig. 3 et liée à un faible mise en ordre est due à une décroissance des pertes magnétiques ou à un accroissement de la résistance mécanique ? Il est bien établi que  $E_{K1}$  est minimisé par un refroidissement intermédiaire (typiquement 250°C/h) tandis qu'une vitesse de refroidissement élevée (typiquement supérieure à  $10^4$  °C/h pour un recuit au défilé) accroît  $E_{K1}$  et dégrade les propriétés magnétiques, ce qui est le sens inverse du phénomène constaté ! Le décalage incriminé ne peut donc dû à la réduction des pertes magnétiques. Par ailleurs la contrainte de friction  $\sigma_0$  de la loi de Hall-Petch a été déterminée expérimentalement en [18] pour les expériences 2 et 3, en extrapolant les lois empiriques à l'origine : il apparaît que le fort accroissement de vitesse de refroidissement fait augmenter  $\sigma_0$  de 100MPa, ce qui est tout à fait cohérent avec l'écart constaté entre les courbes de la figure 3.

When such a new partly recrystallized strip is submitted to a stamping test, compared to usual as-rolled industrial FeCo strip, the needed stamping force, the elastic stamping out of shape, the stamping noise are drastically reduced. This result has to be connected to the unexpected and ductile behaviour (10% in elongation) firstly and very early shown by Thornburg [16] for static annealing near 600°C. It may be concluded here that such a partial recrystallization (through use of high speed continuous annealing) ensures an easy stamping processing on fully processed strip, in contrast with usual semi-processed FeCo strips.

### 3.4. Réversibilité des performances et aptitude d'une pièce découpée à passer d'un état HLE à « basses pertes »

Une autre demande forte des électrotechniciens est la capacité d'un matériau HLE à pouvoir revenir à de très basses pertes magnétiques. En effet pour éviter la pertes de matériau il est souvent préféré de découper un rotor à l'intérieur du stator d'une même bande métallique: le procédé HSP et le nouveau matériau HLE (AFK502FP) permet de livrer toute la bande à la limite élastique désirée. Dans ce cas idéal il faudrait que la pièce statorique découpée dans la même bande HLE puisse ensuite retrouver les mêmes faibles pertes magnétiques que les FeCo usuels semi-process avec recuit statique final sur pièce. Pour étudier ce point deux échantillons différents issus de l'expérience 4 et produits par le procédé HSP (recuit au défilé) avec de hautes limite élastiques (table 2: 600 et 1000MPa) sont ensuite soumis au recuit habituel de minimisation des pertes magnétiques à 850°C/3h/H2 pur. Comme on peut le constater en tableau 2, les pertes magnétiques sont alors ramenées à un niveau très bas, le même que celui que le métal aurait eu sans passer par le recuit au défilé. ( $\approx 35W/kg$  à 2T/400Hz). On a ainsi prouvé qu'un même matériau FeCo, non seulement pouvait présenter des basses ou hautes limites élastiques, mais pouvait sans aucun dommage passer réversiblement de hautes limites élastiques à basses pertes magnétiques si besoin. Une telle réversibilité est possible que le procédé HSP n'utilise pas d'additions de phase durcissantes comme toutes les solutions brevetées jusque là (voir l'Introduction).

Epaisseur de bande 0,2mm	Après recuit au défilé (HSP)			Après HSP et recuit statique 850°C		
	Propriété	H <sub>c</sub> (A/m)	W <sub>2</sub> <sup>400</sup> (W/kg)	0,2% YS (MPa)	W <sub>2</sub> <sup>400</sup> (W/kg)	0,2% YS (MPa)
Echantillon 1		816	339	990	36	305
Echantillon 2		134	85	600	34	270

Table 2. Performances magnétique et mécanique de Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> recuit au défilé avant/après un recuit final statique « basses pertes » supplémentaire.

### 3.5. Pièces de transformateur non déformées au recuit

Comme la plupart des produits très écrouis au laminage à froid, les feuillards Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> possèdent une texture très marquée (voir § 3.3) à l'état écroui se transformant en une autre texture forte mais très différente après recuit et pouvant conduire à une anisotropie assez marquée de la résistance mécanique, telle qu'un écart de 100-150MPa de limite élastique entre les directions de sollicitations de laminage et transverse [21]. Une autre conséquence est la déformation géométrique anisotrope non négligeable qui se produit au cours du recuit statique sur des pièces découpées et de forme « anisotrope » comme typiquement les E des culasses magnétiques de transformateur. En effet le changement important de texture lors de la recristallisation complète modifie la géométrie des pièces découpées.

En revanche si la bande a subi préalablement un recuit au défilé du type HSP, on obtient alors une limite élastique élevée et une ductilité permettant une bonne découpe tandis que la recristallisation partielle a permis de se rapprocher de la texture qui sera obtenue en final après le recuit statique de minimisation des pertes magnétiques. L'expérience a été menée sur des pièces découpées en E avec de longues « jambes » dans de la bande HLE issue de procédé HSP : si on compare les états avant et après recuit statique supplémentaire à 850°C/3h on constate d'une part qu'il n'y a pas eu de déformation géométrique des pièces au cours du recuit, et d'autre part que la texture obtenue après HSP a très peu changé au cours du recuit statique supplémentaire (figure 9). Ainsi la bonne stabilité dimensionnelle de E se prêtant ordinairement à de fortes déformations géométriques est bien liée à l'introduction d'un recuit au défilé avant la découpe de la pièce et s'explique par un faible changement de texture au cours du recuit statique.

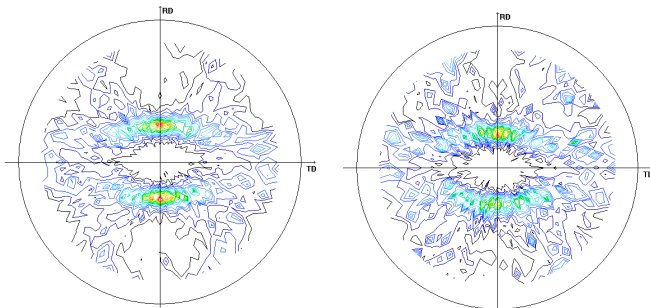


Fig. 9. Figures de pôles (110) par RX de feuillard Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> après: recuit statique à 760°C (R<sub>0,2</sub> = 450MPa, H<sub>c</sub>=100 A/m) à gauche, HSP à T<sub>m</sub>=880°C, vitesse v=1,2m/min (R<sub>0,2</sub> = 435MPa, H<sub>c</sub>=96 A/m) à droite.

### 3.6. Tenue au vieillissement

Un autre besoin récurrent de l'électrotechnique embarquée (travaillant souvent entre 100 et 200°C, voire plus) est la garantie que les performances magnétiques et mécaniques resteront identiques au cours de la vie du dispositif. L'étude de cet aspect a été menée sur des échantillons (rondelles) des expériences 1 et 4 qui ont été soumises à des test de vieillissement à 200°C durant 600h. Des mesures de H<sub>c</sub> ont été réalisées avant et après vieillissement (Table 3). Les variations de H<sub>c</sub> issues de HSP sont plus faibles (et de direction opposée) à celles des échantillons issus d'un recuit statique. Du fait des fortes corrélations H<sub>c</sub>-R<sub>0,2</sub> démontrées précédemment, cela permet de prédire de faibles variations de limite élastiques sur quelques centaines d'heures. Ainsi le nouveau produit partiellement cristallisé s'avère bien résister aux processus diffusionnels de restauration des défauts dans cette gamme de température et de temps.

Caractéristiques de recuit	Avant vieillissement	Temps de vieillissement à 200°C : 600 h	
	H <sub>c</sub> (A/m)	H <sub>c</sub> (A/m)	ΔH <sub>c</sub> /H <sub>c</sub> (%)
Recuit statique 760°C-2h	97,6	107,2	+ 9,8
Recuit statique 850°C-2h	45,6	58,4	+ 28,1
HSP-880°C- vitesse 1,2 m/min.	84	85,6	+ 1,9
HSP-880°C- vitesse 2,4 m/min.	96,8	74,4	- 23,1
HSP-880°C- vitesse 3,8 m/min.	688	648	- 5,8

Table 3. Performances magnétiques au vieillissement de feuillards Fe<sub>49</sub>Co<sub>49</sub>V<sub>2</sub> partiellement recristallisés (HSP) comparés à un recuit statique conventionnel (ΔH<sub>c</sub>/H<sub>c</sub> est calculé par référence à H<sub>c</sub> avant vieillissement)

## 4. CONCLUSION

Le recuit au defile apparait une voie intéressante pour produire des feuillards d'alliages Fe-Co de type Fully Process, donc découppable à l'état (partiellement) cristallisé. Ce nouveau produit permet notamment et à la fois, une large plage de limite élastique accessible (500-1200MPa) contrôlée par les seules caractéristiques de traitement thermique, un comportement ductile garantissant une bonne mise en forme et découpe des pièces, une bonne stabilité géométrique des pièces de tout type lorsqu'elle sont soumises ensuite à un recuit statique de minimisation des pertes magnétiques. Un autre avantage de ce procédé HSP (ductilité et haute limite élastique HLE par recuit défilé adéquate) est une meilleure optimisation de l'équilibre entre performances magnétiques et mécaniques grâce au contrôle HSP de la mise en ordre du matériau. De plus la fraction cristallisée contrôle linéairement les propriétés finales, rendant le procédé HSP bien adapté à un développement industriel tandis que, contrairement aux solutions brevetées antérieurement, ce procédé permet réversiblement de rendre les pertes magnétiques très basses par recuit statique en partant de propriétés HLE (et donc pertes élevées) ce qui peut être très profitable dans certains cas.

Afin d'accroître encore tout le bénéfice attendu de telles améliorations dans nombre d'applications électrotechniques

embarquées, ce nouveau produit doit être plus profondément caractérisé en terme de vieillissement prolongé, d'anisotropie des propriétés, de tenue en fatigue, voire même améliorer encore ses performances magnétiques.

#### REFERENCES

- [1] F. Dorninger, "High strength electrical steel", proc. WMM'12 Ghent, June 2013, p. 56
- [2] T. Waeckerlé, "Soft Magnetic Iron Cobalt Materials: Properties and Recent Developments", proc. WMM'12 Ghent, June 2013, p. 208
- [3] R. C. Hall, "Magnetic Anisotropy and Magnetostriction of Ordered and Disordered Cobalt-Iron Alloys", *Trans. Met. Soc. AIME* 218 (1960) pp. 268-270
- [4] A. D. Skokov and G.V. Pshechenkova., « Magnetic Anisotropy of Alloys of the Permendur type », *Fiz. metal. metalloved* 26, 3 (1968) pp. 560-561.
- [5] D. W. Clegg, R.A. Buckley, "The Disorder→Order Transformation in Iron-Cobalt based Alloys", *Metal Science J.*, 7 (1973) pp. 48-54
- [6] R. A. Buckley, "Microstructure and Kinetics of the ordering transformation in Iron-Cobalt Alloys", *Metal Science* 9 (1975) pp. 243-247
- [7] C. W. Chen, G.W. Wiener, "Brittleness of Cobalt-Iron Alloys", *J. Applied Physics, Suppl. Vol 30, 4* (1959) pp. 199S-201S
- [8] P. Villemain et A. Chamberod, "Anisotropie magnétique et ordre dans FeCo équiatomique: cinétiques", *J. Phys. Chem. Solids*, 33 (1972), pp. 1547-1556
- [9] J. F. Dinhut et al., « Plastic deformation and Brittleness of Fe-Co-V », *Phys. Stat. Sol. (a)* 12 (1972) p. 153
- [10] D. R. Thornburg et al., "Magnetic Effects of Long-Range Ordering in an Iron-Cobalt 2Pct V Alloy", *Metallurgical Trans.* 5 (1974) p. 2241
- [11] D. Gautard et al., "50-50 CoFe alloys – Magnetic and Mechanical Properties", *J.M.M.M.* 160 (1996) pp. 359-362
- [12] M. Masteller and D.W. Dietrich, « High strength Fe-Co-V alloy article– Pat. US 08/440532 12 May 1995).
- [13] R. Major et al , « High strength soft magnetic alloys », Pat. GB2339798 - 24 July 1998
- [14] L. Coutu et al , Brevet FR 98/01310 - 5 féb. 1998).
- [15] J. Gerster, J. Tenbrik, "High strength soft magnetic Iron-Cobalt-Vanadium alloy", Pat. EP 1475450 - 7 May 2004
- [16] D. R. Thornburg, "High-Strength High Ductility Cobalt-Iron Alloys", *J Appl. Phys.*, **40**, (1969), pp. 1579–80
- [17] "Magnetic materials", International Electrotechnical Commission, Publication IEC68 - 404-6 (1986)
- [18] B. Nabi et al., "Effect of recrystallization and degree of order on the magnetic and mechanical properties of soft magnetic FeCo-2V alloy", *Mat. Sci. Eng. A.* 578 (2013), pp. 221-215
- [19] M.J. Marcinkowski et al., « Atomic Order and Petch Relationn in an FeCo Alloy », *Trans. of AIME*, 233 (1965) p. 293
- [20] T. Sourmail, "Evolution of strength and coercivity during annealing of FeCo based alloys", *Scripta Mat.*, **51**, (2004), pp. 589-591
- [21] C. H. Shang et al., "Anisotropy in magnetic and mechanical properties in textured Hipercor® FeCoV alloys", *J. Appl. Phys.* 87 (2000) p. 6508.