

# Evolutions des propriétés magnétiques en fonction du vieillissement d'un nanocristallin haute perméabilité

<sup>1</sup>AtefLEKDIM, <sup>1</sup>Laurent MOREL, <sup>1</sup>Marie-Ange RAULET

<sup>1</sup>Laboratoire AMPERE, UMR 5005, Université Lyon1, Université de Lyon, 43 Bd du 11/11/1918, 69100 Villeurbanne Cédex, France, [atef.lekdim@univ-lyon1.fr](mailto:atef.lekdim@univ-lyon1.fr), [laurent.morel@univ-lyon1.fr](mailto:laurent.morel@univ-lyon1.fr), [marie-ange.raulet2@univ-lyon1.fr](mailto:marie-ange.raulet2@univ-lyon1.fr),

**RESUME** -Un des enjeux majeur du projet de conception de « l'avion plus électrique » est l'augmentation de l'efficacité énergétique tout en réduisant la masse et le volume. Cela engendre une grande compacité des composants électriques et en conséquence une élévation des températures de fonctionnement. Les matériaux magnétiques qui sont au cœur de la conversion d'énergie électrique sont, alors, amenés à travailler dans des conditions de températures élevées. Leur vieillissement thermique devient un problème sérieux qui mérite une attention particulière. Les matériaux nanocristallins ont été choisis pour cette étude de vieillissement car ils sont de plus en plus employés dans les systèmes d'électronique de puissance. Le suivi des propriétés magnétiques macroscopiques de ces matériaux est fait à l'aide d'un protocole de caractérisations électriques et magnétiques.

**Mots-clés**—Vieillessement, nanocristallins, recuit, pertes magnétiques, énergies d'anisotropie, diffusion, DRX.

## 1. INTRODUCTION

Des recherches existent sur le comportement en températures des nanocristallins mais peu d'entre elles s'intéressent à l'effet de la température et du temps à long terme c'est-à-dire au vieillissement. Dans [1] et [2], les auteurs ont étudié l'évolution de la perméabilité en fonction du vieillissement thermique et ont proposé une loi logarithmique de prédiction de l'évolution de la perméabilité. Il en ressort que la perméabilité décroît quel que soit le type de recuit utilisé (sans ou avec champ transverse). En [2], la raison en est attribuée à l'anisotropie induite locale  $K_u^{loc}$  (dans chaque domaine magnétique) par diffusion atomique et mise en ordre à courte distance (« pair ordering »).

Les nanocristallins ont été découverts et brevetés par l'équipe de Yoshizawa en 1988[3]. Le mode de fabrication est exactement le même que celui des amorphes. La différence réside dans l'ajout de 1 at%Cu (le nucléateur) et de 3 at%Nb (l'inhibiteur, permettant l'uniformisation de la taille des nanocristaux) et par une étape-clé de recuit de nanocristallisation à une température (<600 °C, ≈ 70 à 80 % de nanocristaux) précédant celle de cristallisation à proprement parler (>600 °C). Cette étape permet d'obtenir des cristaux de 10-15 nm de diamètre reliés par le reste de phase amorphe. Les matériaux nanocristallins étudiés sont des bases fer de composition :  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{15.5}B_7$  (en at%). Ce procédé permet d'obtenir une haute perméabilité en courant continu (CC)  $\mu_{CC}$  de l'ordre de 500 000 à  $10^6$ , mais cette perméabilité peut aussi être réduite de façon contrôlée (recuits sous champ transverse ou sous contrainte) à des amplitudes de  $10^4$ ,  $10^3$  ou  $10^2$ .

## 2. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

Plusieurs échantillons nanocristallins sous forme de tore nu (pas d'enrobage, nid'impregnation ou de colle etc), ont subi un vieillissement accéléré en étuve sous quatre températures de 100, 150, 200 et 240°C. Pour chaque combinaison (Matériaux, Température de vieillissement), deux échantillons identiques ont été considérés afin de vérifier la dispersion des mesures. A chaque durée de vieillissement les échantillons subissent des caractérisations électriques et magnétiques. Les moyens déployés sont : un banc hystérisographe pour la détermination des cycles en statique et en dynamique, un impédance-mètre et la méthode des quatre pointes pour la mesure de la résistivité électrique.

Les propriétés macroscopiques déterminées ainsi sont :

- Le champ coercitif  $H_c$ , l'induction à saturation  $B_{sat}$ , et les pertes hystérésis  $P_{hys}$  (cycles B(H) statique mesuré à 1 Hz à température ambiante),
- Les pertes en dynamique  $P_{tot}$  (cycles B(H) en dynamique mesurés à 0.8 T/1 kHz à température ambiante),
- La perméabilité initiale  $\mu_i$  (impédance-mètre),
- La résistivité  $\rho$  (méthode des 4 pointes).

## 3. RESULTATS DE CARACTERISATIONS

Les grandeurs relevées pour chaque étape de vieillissement sont reportées en valeurs relatives par rapport aux valeurs initiales (avant vieillissement). Les courbes sont en fonction du temps de vieillissement  $t_a$  ( $t_{a,max} = 2900$  heures) et paramétrées en températures de vieillissement  $T_a$ .

### 3.1. Mesures des cycles en statique

La Fig. 1 présente plusieurs cycles d'hystérésis statique lors du vieillissement à 240 °C aux différentes durées (0 h, 123 h, 620 h et 2900 h).

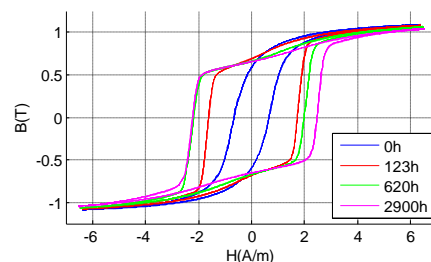


Fig. 1 Cycles d'hystérésis statiques à 1 Hz pour plusieurs durées de vieillissement à la température de 240 °C.

En fonction du vieillissement, les cycles s'élargissent et changent de forme. La forme carrée est due à la non-démagnétisation des échantillons après chaque étape de caractérisation. Le champ coercitif et les pertes par hystérésis augmentent. La perméabilité diminue au cours du vieillissement.

• **Champ coercitif  $H_c$**

Fig. 2 présente l'évolution de  $H_c$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement. Les évolutions du champ coercitif sont monotones (plus  $T_a$  augmente plus  $H_c$  augmente). Ces évolutions présentent une forte cinétique d'augmentation au départ du vieillissement puis une faible cinétique, à partir de 600 heures.  $H_c$  atteint presque 250% d'augmentation à  $t_a=2900h$  pour  $T_a=240^\circ C$ .

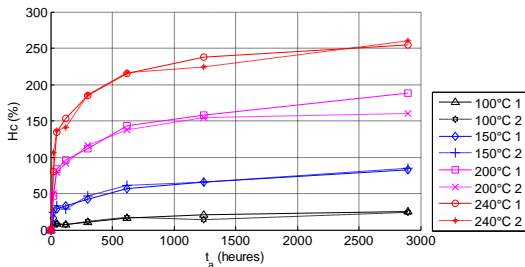


Fig. 2 Evolution du  $H_c$  du  $\mu 500000$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement

• **Perméabilité initiale  $\mu_i$**

Fig. 3 montre l'évolution de  $\mu_i$  en fonction de  $t_a$  et  $T_a$ . La perméabilité initiale diminue en fonction du temps de vieillissement. Elle diminue fortement avec l'augmentation de  $T_a$  et a tendance à se stabiliser à partir de 1200 h de vieillissement. Typiquement, pour  $240^\circ C$  elle atteint une diminution de -80%.

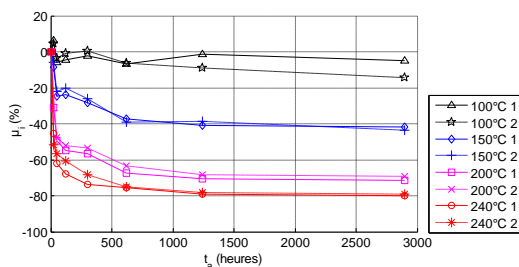


Fig.3 Evolution de  $\mu_i$  du  $\mu 500000$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement

• **Pertes statiques  $P_{hys}$**

Fig. 4 présente l'évolution des pertes statiques en fonction du temps de vieillissement pour les quatre températures étudiées.

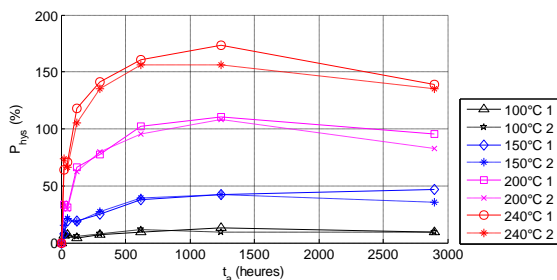


Fig.4 Evolution de  $P_{hys}$  du  $\mu 500000$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement

Les évolutions des pertes statiques sont monotones (plus  $T_a$  augmente plus  $H_c$  augmente). Après 1200 heures de vieillissement, les pertes diminuent un peu après avoir atteint un maximum d'augmentation de 90 et 160 % pour le vieillissement accéléré de 200 et  $240^\circ C$  respectivement. Pour les vieillissements aux températures de  $100$  et  $150^\circ C$  l'évolution des pertes statiques est quasi-stabilisée après 1200 heures.

• **Induction à saturation  $B_{sat}$**

Fig. 5 présente une superposition de deux cycles d'hystérésis avant et après 4260 heures de vieillissement à  $240^\circ C$  mesurés à 15 Hz à température ambiante. L'induction à saturation reste constante (voir l'agrandissement dans fig. 5).

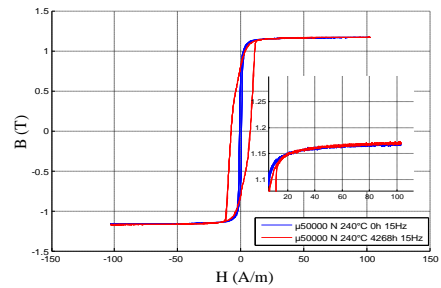


Fig. 5 Cycles d'hystérésis à 15 Hz pour avant et après 4260 heures de vieillissement à  $240^\circ C$

3.2. **Mesures des cycles en dynamique**

La Fig. 6 présente les cycles d'hystérésis relevés pour une induction sinusoïdale avec un maximum imposé ( $B_{max}$ ) de  $0,8T$  à une fréquence de 1 kHz pour les différents temps (0 h, 123 h, 620 h, 1244 h) du vieillissement à la température de  $240^\circ C$ .

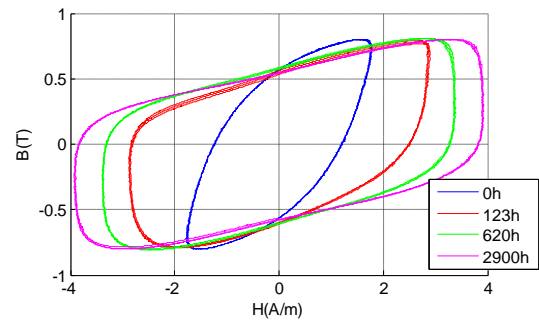


Fig. 6 Cycles d'hystérésis à  $0,8 T/1$  kHz pour plusieurs durées de vieillissement à la température de  $240^\circ C$ .

Lorsque le temps de vieillissement augmente, les cycles s'élargissent et changent de forme entraînant une augmentation des pertes totales. La forme carrée est due à la non-démagnétisation des échantillons après chaque étape de caractérisation.

• **Pertes dynamiques (totales)  $P_{tot}$**

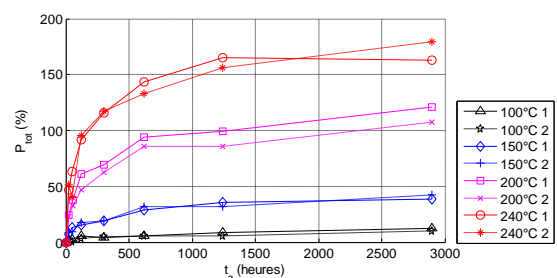


Fig.7 Evolution de  $P_{tot}$  du  $\mu 500000$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement

Fig. 7 présente l'évolution des pertes dynamiques en fonction du temps de vieillissement pour les quatre températures étudiées. Les évolutions des pertes dynamiques sont monotones en fonction du temps de vieillissement. Elles augmentent rapidement au départ puis très peu après 1200 heures de vieillissement pour les 4 températures.

### 3.3. Mesure de la résistivité

La résistivité  $\rho$  ne montre pas d'évolution en fonction des vieillissements étudiés.

### 3.4. Résumé des résultats

Les grandeurs relevées sont reportées en valeurs relatives par rapport aux valeurs initiales (avant vieillissement).

Tableau 1. Evolutions des principales propriétés mesurées à  $t=2900$  h pour les quatre températures de vieillissement

	100 °C	150 °C	200 °C	240 °C
$H_c$ (%)	+24	+84	+169	+260
$\mu_i$ (%)	$\pm 10$	$\pm 44$	-70	-80
$B_{sat}$ (%)	$\pm 0$	$\pm 0$	$\pm 0$	$\pm 0$
$P_{hys}$ (%)	+9	+40	+89	+135
$P_{tot}$ (%)	+10	+38	+114	+170
$\rho$ (%)	$\pm 0$	$\pm 0$	$\pm 0$	$\pm 0$

## 4. DISCUSSION

Afin de comprendre et d'avancer des hypothèses expliquant les évolutions des propriétés magnétiques en fonction du vieillissement, une analyse doit être faite à l'échelle des différentes énergies magnétiques qui gouvernent l'aimantation dans ce matériau nanocristallin.

### 4.1. Les énergies d'anisotropies

L'énergie totale développée lors de l'aimantation est égale principalement à la somme des énergies d'anisotropies. Elle est calculée à l'aide de la courbe de première aimantation selon l'équation 1 :

$$W\left(\frac{J}{m^3}\right) = \int_0^s HdB \approx E_K = \langle E_{K1} \rangle + E_{K_u} + E_{\lambda\sigma} \quad (1)$$

Où :

\*  $\langle E_{K1} \rangle$  est la moyenne des fluctuations d'anisotropies magnétocristallines. Les propriétés magnétiques des matériaux cristallins tels que : FeSi, FeCo, FeNi, ...etc présentent une taille moyenne des grains  $D$  supérieure à la longueur d'échange  $L_{ech}$  (largeur de la paroi). Cela permet à l'aimantation de suivre les directions de facile aimantation de chaque grain et de former ainsi les domaines magnétiques. L'aimantation serait, donc, fortement liée à l'anisotropie magnétocristalline  $E_{K1}$ . G. Herzer explique à l'aide de son modèle aléatoire d'anisotropies magnétocristallines développé en 1990[4], que l'aimantation dans les nanocristallins, du fait qu'ils présentent une taille moyenne des grains  $D = 10-15$  nm inférieure de presque trois fois la longueur d'échange  $L_{ech}$ , n'est plus sensible à l'anisotropie magnétocristalline mais plutôt à ses fluctuations et donc à l'anisotropie magnétocristalline aléatoire notée  $\langle E_{K1} \rangle$ . Cette dernière est significativement plus petite que l'énergie d'anisotropie magnétocristalline  $E_{K1}$ .

\*  $E_{K_u}$  est l'énergie d'anisotropie uniforme, elle peut être induite lors du recuit sous champ transversal ou longitudinal soit sans champ magnétique (cas du matériau étudié). Dans ce dernier cas, la valeur de  $E_{K_u}$  est très faible[5]. Cette énergie  $E_{K_u}$  dépend fortement de la composition chimique du matériau et de la température de Curie  $T_c$ . Elle se développe uniquement à des

températures de recuit inférieures à  $T_c$ . Plus  $T_c$  est élevée plus  $E_{K_u}$  sera importante. La cinétique de sa formation dépend aussi de la composition chimique et de la température de recuit du matériau et elle atteint son équilibre après un temps de recuit théorique infini. Le champ extérieur lors du recuit sert seulement à l'alignement de l'aimantation locale[6], [7].

\*  $E_{\lambda\sigma}$  est l'anisotropie magnétoélastique liée à la constante de magnétostriction à saturation  $\lambda_s$  et à la contrainte interne  $\sigma_i$  issue de l'équilibre mécanique entre les phases amorphe et cristalline. Cette énergie est augmentée à l'aide d'un recuit sous contrainte pour les nanocristallins basses perméabilités[8], [9].

Pour le matériau étudié ( $\mu 500000$ ) seule  $\langle E_{K1} \rangle$  est considérée avant vieillissement car :

- Il a été recuit sans champ donc  $E_{K_u}$  est négligeable.
- La constante de magnétostriction  $\lambda_s$  est ramenée pratiquement à zéro donc  $E_{\lambda\sigma}$  est négligeable (G. Herzer démontre dans [10] que pour une composition de nanocristallin avec une teneur en Silicium d'environ 15 at% subissant un recuit sans champ de 540°C pendant 60min permet d'avoir  $\lambda_s$  très proche de zéro).

### 4.1.1. Évolution de l'énergie d'anisotropies totale $E_K$ en fonction du vieillissement

Fig. 8 présente l'évolution de l'énergie d'anisotropie totale en fonction du temps pour les 4 températures de vieillissement.

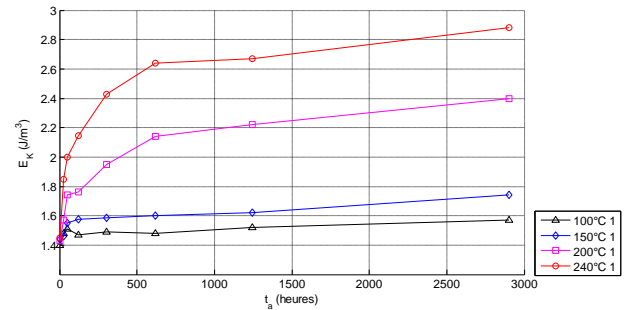


Fig. 8 Evolution de  $E_K$  du  $\mu 500000$  en fonction de  $t_a$  pour les quatre températures de vieillissement

Le calcul de cette énergie est établi en appliquant l'intégrale de l'équation (1) sur les différentes courbes de première aimantation obtenues à chaque étape de vieillissement.

Les courbes de Fig.8, montrent une forte augmentation de  $E_K$  au départ du vieillissement quelle que soit la température. Cela veut dire que le phénomène lié à l'augmentation de  $E_K$  est active thermiquement au tout départ du traitement de vieillissement. En effet, ce phénomène est lié à une diffusion atomique à courte distance qui a modifié localement la distribution des moments magnétiques par rapport aux distributions initiales gérées par l'énergie magnétocristalline aléatoire  $\langle E_{K1} \rangle$ . Cette modification est traduite par une introduction d'une énergie d'anisotropie locale  $E_K^{loc}$ [2].

### 4.1.2. Évolution de l'énergie d'anisotropie $\langle E_{K1} \rangle$ en fonction du vieillissement

La dépendance de  $\langle E_{K1} \rangle$  en fonction de la taille de grains  $D$  est conditionnée par la dominance des énergies d'anisotropies dans le matériau. Par exemple, lorsque  $E_{K_u}$  domine sur  $\langle E_{K1} \rangle$  dans le cas des recuits sous champ (cas du  $\mu 30000$ ), l'expression de  $\langle E_{K1} \rangle$  passe d'une dépendance de  $D^6$  à  $D^3$ [6], [11]. Pour le nanocristallin étudié (qui a subi un recuit sans champ), l'énergie dominante serait  $\langle E_{K1} \rangle$  et suit donc la loi  $D^6$ .

$$\langle E_{K1} \rangle = f_x^2 \cdot \frac{K_1^4 \cdot D^6}{A^3} \quad (2)$$

$\langle E_{K1} \rangle$  dépend aussi de la constante d'anisotropie magnétocristalline  $K_1$ , de la constante de l'énergie d'échange  $A$  et de la fraction cristallisée  $f_x$ . Pour évaluer la variation de  $\langle E_{K1} \rangle$  en fonction du vieillissement il faut donc évaluer la variation de chaque paramètre en fonction du vieillissement.

#### • Variation de $f_x$ et de la taille des grains $D$

La variation de la taille des grains serait liée à la variation de la fraction cristallisée  $f_x$  du nanocristallin. Des mesures de DRX (Diffraction aux Rayons X) sont faites sur ce matériau. Fig. 9 présente deux diffractogrammes DRX avant et après vieillissement de 1320 heures à 240 °C du nanocristallin étudié.

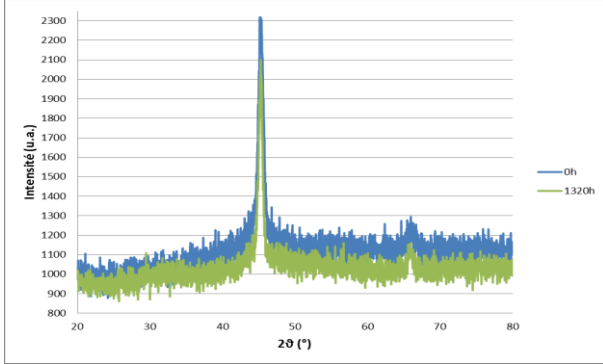


Fig. 9 Diffractogrammes DRX du  $\mu 500000$  non vieilli et vieilli à 240°C pendant 1320 heures

Aucun nouveau pic n'apparaît lors du vieillissement à 240 °C, ce qui exclut définitivement l'apparition d'une nouvelle phase à 240 °C et aussi aux températures de vieillissement inférieures (100, 150 et 200 °C). Ce résultat est confirmé par les mesures de résistivité et de PTE (Pouvoir Thermo-Electrique) qui ne montrent pas d'évolution durant le vieillissement.

Le calcul de la largeur à mi-hauteur du pic (110) (le grand pic dans Fig. 9) avant et après vieillissement renseigne sur l'évolution des domaines cristallins (ce qui correspond aux nano-grains dans le cas du matériau étudié). Fig. 10 présente l'évolution de la largeur à mi-hauteur du pic (110) durant le vieillissement.

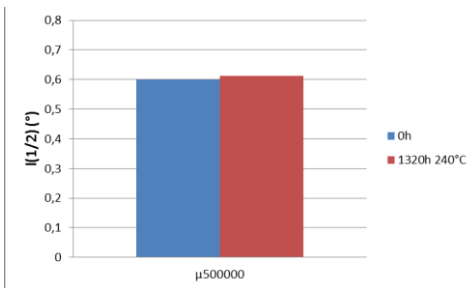


Fig. 10 Changement de la largeur à mi-hauteur du pic (110) par vieillissement à 240°C

Après vieillissement, la largeur à mi-hauteur a augmenté de l'ordre de 2%. L'augmentation de largeur à mi-hauteur irait dans le sens d'une diminution de la taille moyenne des grains selon la formule de Scherrer expliquée dans [12], [13]. Or, les vieillissements thermiques appliqués sont, plutôt, favorables à une augmentation de la taille moyenne des grains par diffusion atomique du Silicium de la phase amorphe vers les nano-grains (les vieillissements appliqués sont comparables à des recuits basses températures de long terme). Cette augmentation de la

largeur à mi-hauteur, serait plutôt liée à l'incertitude de mesure de l'appareil.

En conclusion la taille des grains  $D$  et la fraction cristallisée  $f_x$  n'auraient pas évolué durant les vieillissements étudiés.

#### • Variation de la constante d'anisotropie $K_1$

La constante  $K_1$  est intrinsèque aux cristaux FeSi et sa valeur dépend de la température de mesure et de la composition chimique. S'approchant de la température de Curie du FeSi ( $T_C^{FeSi} > 1000^\circ C$ ),  $K_1$  s'annule [14]. Etant donné que la composition chimique n'a pas changé en fonction du vieillissement (pas de changements au niveau des pics de DRX) et que les caractérisations magnétiques sont faites à température ambiante, la constante  $K_1$  peut être considérée constante.

#### • Variation de la constante d'échange $A$

La constante d'échange varie en fonction de l'induction à saturation  $J_s$  selon l'équation suivante [14]:

$$\frac{A(T)}{A(0^\circ K)} = \left[ \frac{J_s(T)}{J_s(0K)} \right]^2 \quad (3)$$

D'après le paragraphe 3.1, l'induction à saturation  $B_{sat}$  (équivalente à  $J_s$  pour le matériau étudié), mesurée à champ magnétique élevé (100 A/m), reste constante après un vieillissement de 4200 heures à 240°C. Donc, selon l'équation (3), la constante d'échange  $A$  n'aurait pas évolué durant les vieillissements étudiés.

En conclusion, l'énergie d'anisotropie  $\langle E_{K1} \rangle$  n'aurait pas évolué en fonction du vieillissement. Comme  $\langle E_{K1} \rangle$  était dominante dans le nanocristallin avant vieillissement, sa valeur est :  $\langle E_{K1} \rangle = E_K^{0h} = 1.4 \text{ J/m}^3$  (voir courbes Fig. 8).

#### 4.1.3. Évolution de l'énergie d'anisotropie locale $E_K^{loc}$ en fonction du vieillissement

L'augmentation de l'énergie d'anisotropie totale  $E_K$ , serait donc liée principalement à l'augmentation de  $E_K^{loc}$ . En effet, en fonction du vieillissement,  $\langle E_{K1} \rangle$  reste constante et l'énergie d'anisotropie magnétoélastique  $E_{\lambda, \sigma}$  est supposée toujours négligeable. L'équation (1) dépend alors d'un terme supplémentaire lié au vieillissement qui est  $E_K^{loc}$ :

$$E_K(t_a, T_a) = \langle E_{K1} \rangle + E_K^{loc}(t_a, T_a) \quad (4)$$

Avec,  $t_a$  et  $T_a$  temps et température de vieillissement respectivement. Comme expliqué dans le paragraphe 4.1.1, l'évolution de  $E_K^{loc}$  est liée à une diffusion atomique de courte distance. Fig. 11 présente les traces de  $\ln(E_K^{loc})$  en fonction de  $1/T_a$  pour plusieurs temps de vieillissement.

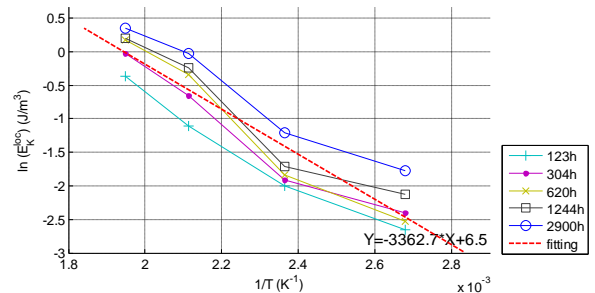


Fig. 11 Représentation de l'évolution de  $\ln(E_K^{loc})$  selon le modèle de diffusion d'Arrhenius

Les courbes de Fig. 11 peuvent être approximées par des droites. Donc, cette diffusion suit bien une diffusion selon la loi d'Arrhenius (équation 5).



$$\ln(E_K^{loc}) = -\left(\frac{Q}{R}\right) \cdot \frac{1}{T_a} + \ln([E_K^{loc}]_0) \quad (5)$$

Où  $Q$  est l'énergie d'activation de la diffusion,  $R=8.32$  J/K et  $[E_K^{loc}]_0$  est le coefficient de diffusion quand  $T_a$  tend vers l'infinie. L'équation (5) et le fitting (courbe en rouge) des courbes de diffusion de Fig. 11, permettent l'identification de  $Q$  et  $[E_K^{loc}]_0$  ( $28000 \pm 2500$  J/m<sup>3</sup> et  $690 \pm 3$  J/m<sup>3</sup> respectivement).

#### 4.2. Impact de l'évolution de $E_K^{loc}$ sur les propriétés magnétiques en fonction du vieillissement

Le vieillissement adétérioré, pratiquement, toutes les propriétés magnétiques à savoir :  $H_c$ ,  $\mu_i$ ,  $P_{hys}$ ,  $P_{tot}$ . La raison est liée au fait que,  $E_K^{loc}$  est introduite autour de chaque domaine magnétique ce qui générerait le déplacement des parois (formation des gros domaines) et la rotation des domaines magnétiques. Fig. 12 présente deux courbes de première aimantation avant et après vieillissement à 240°C.

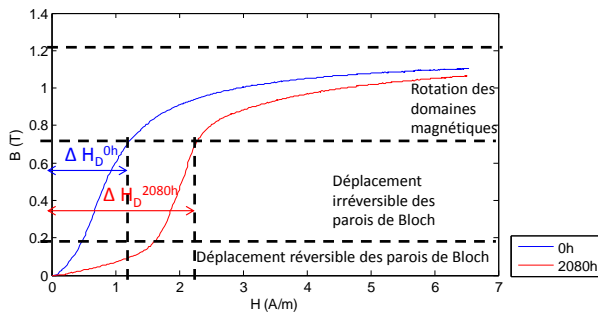


Fig. 12 Représentation des régions de déplacement des parois de Bloch et de rotation des domaines magnétiques sur les courbes de première aimantation avant et après vieillissement de 2080h à 240°C.

En effet, après vieillissement de 2080 heures à 240°C, le matériau dépense beaucoup plus d'énergie pour la formation des gros domaines magnétiques (déplacement des parois de Bloch). Il lui faut, pratiquement, le double en terme d'excitation pour finir cette première étape d'aimantation ( $\Delta H_D^{2080h} \approx 2 \cdot \Delta H_D^{0h}$ ). Il en dépense, aussi, dans la phase de rotation pour atteindre la saturation de 1.2 T (la courbe rouge atteint la saturation pour des champs d'excitation élevés de valeurs supérieures à 50 A/m alors que la courbe bleu l'atteint pour des champs nettement plus faibles).

##### 4.2.1. Évolution des pertes magnétiques en fonction du vieillissement

Le principe de décomposition des pertes magnétiques selon Bertotti [15] est exprimé par l'équation (6) :

$$P_{tot} = P_{hys} + P_{class} + P_{exc} \quad (6)$$

Avec  $P_{class}$  : pertes par courants de Foucault et  $P_{exc}$  : pertes excédentaires,  $P_{hys}$  : pertes statiques (à très faible fréquence).

Etant donné que la résistivité n'évolue pas lors du vieillissement thermique, les pertes par courants de Foucault ou classiques  $P_{class}$  peuvent être considérées comme constantes. Donc l'augmentation des pertes totales, en fonction du vieillissement, est due à :

- L'augmentation des pertes statiques  $P_{hys}$ . En effet, les pertes statiques sont dues à l'interaction des parois en mouvement avec les obstacles (défauts, joint de grains, précipités, directions de difficiles aimantation...). Le mouvement des parois est suffisamment lent pour qu'il y ait apparition de courants induits locaux. Le vieillissement a provoqué l'amplification des interactions

parois-obstacles à cause de l'introduction de  $E_K^{loc}$  autour de chaque domaine magnétique.

- L'augmentation des pertes excédentaires  $P_{exc}$ . Elles sont liées aux mêmes interactions parois-obstacles qui augmenteraient les pertes locales harmoniques.

## 5. CONCLUSION

L'étude du vieillissement thermique accéléré d'un matériau nanocristallin haute perméabilité a été effectuée. Une analyse menée sur les évolutions des différentes énergies d'anisotropie ainsi que l'exploitation de résultats de DRX ont permis de trouver des corrélations entre les propriétés magnétiques macroscopiques et des phénomènes physiques liés au vieillissement.

Ainsi, le vieillissement des nanocristallins hautes perméabilités n'est pas lié à la formation d'une nouvelle phase de précipités ( $Fe_2B$ ,  $Fe_2O_3$ ...) ou à l'accroissement des nano-grains. Il est plutôt lié à une diffusion atomique de courte distance qui est à l'origine de l'introduction d'une anisotropie locale. Cette dernière empêche le déplacement des parois et la rotation des domaines magnétiques.

Dans cet article, l'évolution de l'énergie d'anisotropie magnéto-élastique  $E_{\lambda\sigma}$  est supposée négligeable or la constante de magnétostriction à saturation  $\lambda_s$  est susceptible d'évoluer en fonction du vieillissement. Il serait donc nécessaire d'évaluer ce paramètre pour établir un bilan plus approfondi sur l'évolution des énergies d'anisotropie lors du vieillissement.

Il serait aussi intéressant de comparer les phénomènes de comportement magnétique, en fonction du vieillissement, des nanocristallins hautes perméabilités avec ceux des nanocristallins de moyennes et de basses perméabilités.

Ces deux derniers points sont en cours d'étude.

## 6. REMERCIEMENT

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet GENOME (Corac). Les auteurs tiennent à remercier la société AperamAlloys Amilly pour la fourniture des échantillons et le laboratoire MATIES pour les mesures de DRX.

## 7. REFERENCES

- [1] C. Martin, R. Robutel, C. Buttay, and F. Sixdenier, « High Temperature Ageing of Fe-based Nanocrystalline Ribbons », présenté à IMAPS. HITEC, Albuquerque, United States, 2012, p. 6.
- [2] T. Waeckerlé, A. Demier, and S. Camus, « Effect of aging on FeCuNbSiB nanocrystalline magnetic properties », *Soft Magnetic Materials Conference*, São Paulo, Brasil, p. 4, 2015.
- [3] Y. Yoshizawa, S. Oguma, and K. Yamauchi, « New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure », *J. Appl. Phys.*, vol. 64, n° 10, p. 6044-6046, nov. 1988.
- [4] G. Herzer, « Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets », *IEEE Trans. Magn.*, vol. 26, n° 5, p. 1397-1402, sept. 1990.
- [5] G. Herzer, « Anisotropies in soft magnetic nanocrystalline alloys », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 294, n° 2, p. 99-106, juill. 2005.
- [6] K. Suzuki and G. Herzer, « Magnetic-field-induced anisotropies and exchange softening in Fe-rich nanocrystalline soft magnetic alloys », *Scr. Mater.*, vol. 67, n° 6, p. 548-553, sept. 2012.
- [7] M. Emura, A. M. Severino, A. D. Santos, and F. P. Missell, « Induced anisotropy in nanocrystalline FeCuNbSiB », *IEEE Trans. Magn.*, vol. 30, n° 6, p. 4785-4787, nov. 1994.
- [8] T. Waeckerle, T. Save, and A. Demier, « New stressed and continuously annealed low  $\mu$  nanocrystalline FeCuNbSiB cores for

watt-hour-metering or differential mode inductance applications », *J. Magn. Mater.*, vol. 320, n° 20, p. e797-e801, oct. 2008.

[9] B. Hofmann and H. Kronmüller, « Stress-induced magnetic anisotropy in nanocrystalline FeCuNbSiB alloy », *J. Magn. Mater.*, vol. 152, n° 1-2, p. 91-98, janv. 1996.

[10] G. Herzer, « Creep induced magnetic anisotropy in nanocrystalline Fe-Cu-Nb-Si-B alloys », *IEEE Trans. Magn.*, vol. 30, n° 6, p. 4800-4802, nov. 1994.

[11] K. Suzuki, N. Ito, S. Saranu, U. Herr, A. Michels, and J. S. Garitaonandia, « Magnetic domains and annealing-induced magnetic anisotropy in nanocrystalline soft magnetic materials », *J. Appl. Phys.*, vol. 103, n° 7, p. 07E730, avr. 2008.

[12] A. T. D'Agostino, « Determination of thin metal film thickness by x-ray diffractometry using the Scherrer equation, atomic absorption analysis and transmission/reflection visible spectroscopy », *Anal. Chim. Acta*, vol. 262, n° 2, p. 269-275, juin 1992.

[13] V. Uvarov and I. Popov, « Metrological characterization of X-ray diffraction methods for determination of crystallite size in nano-scale materials », *Mater. Charact.*, vol. 58, n° 10, p. 883-891, oct. 2007.

[14] Rainer Hilzinger and Werner Rodewald, « Magnetic Materials », in *Magnetic Materials*, Germany: VACUUMSCHMELZE GmbH & Co, 2013.

[15] G. Bertotti, « Connection between microstructure and magnetic properties of soft magnetic materials », *J. Magn. Mater.*, vol. 320, n° 20, p. 2436-2442, oct. 2008.