

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
2 février 2017 (02.02.2017)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2017/016604 A1

(51) Classification internationale des brevets :

C22C 38/02 (2006.01)	C22C 38/18 (2006.01)
C21D 8/12 (2006.01)	H01F 1/12 (2006.01)
C22C 38/06 (2006.01)	H01F 1/14 (2006.01)
C22C 38/10 (2006.01)	H01F 1/147 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/EP2015/067443

(22) Date de dépôt international :

29 juillet 2015 (29.07.2015)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(71) Déposant : APERAM [LU/LU]; 12C, rue Guillaume Kroll, 1882 Luxembourg (LU).

(72) Inventeurs : WAECKERLE, Thierry; 123, rue de Parigny, 58000 Nevers (FR). BAUDIN, Thierry; 15, allée de Chanteraine, 91190 Gif-sur-Yvette (FR). HELBERT, Anne-Laure; 119, allée de la Pièce du Lavoir, 91190 Gif-sur-Yvette (FR). HUBERT, Olivier; 234, rue de la Canonnière, 60600 Agnetz (FR).

(74) Mandataires : BLOT, Philippe et al.; 2, place d'Estienne d'Orves, 75009 Paris (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : FECO ALLOY, FESI ALLOY OR FE SHEET OR STRIP AND PRODUCTION METHOD THEREOF, MAGNETIC TRANSFORMER CORE PRODUCED FROM SAID SHEET OR STRIP, AND TRANSFORMER COMPRISING SAME

(54) Titre : TÔLE OU BANDE EN ALLIAGE FECO OU FESI OU EN FE ET SON PROCÉDÉ DE FABRICATION, NOYAU MAGNÉTIQUE DE TRANSFORMATEUR RÉALISÉ À PARTIR D'ELLE ET TRANSFORMATEUR LE COMPORTANT

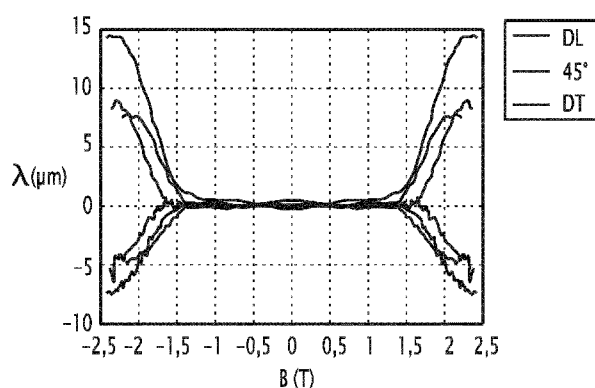


FIG.5

(57) Abstract : The invention relates to a cold-rolled, annealed ferrous alloy sheet or strip (1), characterised in that it consists of (by weight percentage): traces $\leq$ Co $\leq$ 40%; if Co $\geq$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 1%; if traces $\leq$ Co $<$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 3.5%; if Co $<$ 35%, Si + 0.6 %Al $\leq$ 4.5 – 0.1 %Co; traces $\leq$ Cr $\leq$ 10%; traces $\leq$ V + W + Mo + Ni $\leq$ 4%; traces $\leq$ Mn $\leq$ 4%; traces $\leq$ Al $\leq$ 3%; traces $\leq$ S $\leq$ 0.005%; traces $\leq$ P $\leq$ 0.007%; traces $\leq$ Ni $\leq$ 3%; traces $\leq$ Cu $\leq$ 0.5%; traces $\leq$ Nb $\leq$ 0.1%; traces $\leq$ Zr $\leq$ 0.1%; traces $\leq$ Ti $\leq$ 0.2%; traces $\leq$ N $\leq$ 0.01%; traces $\leq$ Ca $\leq$ 0.01%; traces $\leq$ Mg $\leq$ 0.01%; traces $\leq$ Ta $\leq$ 0.01%; traces $\leq$ B $\leq$ 0.005%; traces $\leq$ O $\leq$ 0.01%; the remainder being iron and impurities resulting from production. The sheet or strip is also characterised in that, for 1.8 T induction, the maximum deviation (Max $\Delta\lambda$) between the magnetostriction deformation values λ , which are measured both parallel to the magnetic field (H_a) applied (λ/H) and perpendicularly to the magnetic field (H_a) applied ($\lambda^\perp/H$) over three

[Suite sur la page suivante]



rectangular samples (2, 3, 4) of the sheet or strip, of which the large sides are parallel to the sheet or strip rolling direction (DL), parallel to the cross direction (DT) of the sheet or strip, and parallel to the direction forming an angle of 45° with the rolling direction (DL) and the cross direction (DT), is at most 25ppm. The sheet or strip is further characterised by its recrystallisation rate of between 80 à 100%. The invention also relates to a method for producing such a sheet or strip, a magnetic transformer core produced using said sheet or strip, and a transformer comprising same.

(57) Abrégé : Tôle ou bande en alliage ferreux laminée à froid et recuite (1), caractérisée en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux : traces $\leq$ Co $\leq$ 40%; si Co $\geq$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 1%; si traces $\leq$ Co $<$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 3,5%; si Co $<$ 35%, Si + 0,6 %Al $\leq$ 4,5 – 0,1 %Co; traces $\leq$ Cr $\leq$ 10%; traces $\leq$ V + W + Mo + Ni $\leq$ 4%; traces $\leq$ Mn $\leq$ 4%; traces $\leq$ Al $\leq$ 3%; traces $\leq$ S $\leq$ 0,005%; traces $\leq$ P $\leq$ 0,007%; traces $\leq$ Ni $\leq$ 3%; traces $\leq$ Cu $\leq$ 0,5%; traces $\leq$ Nb $\leq$ 0,1%; traces $\leq$ Zr $\leq$ 0,1%; traces $\leq$ Ti $\leq$ 0,2%; traces $\leq$ N $\leq$ 0,01%; traces $\leq$ Ca $\leq$ 0,01%; traces $\leq$ Mg $\leq$ 0,01%; traces $\leq$ Ta $\leq$ 0,01%; traces $\leq$ B $\leq$ 0,005%; traces $\leq$ O $\leq$ 0,01%; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, en ce que, pour une induction de 1,8 T, l'écart maximal (Max $\Delta\lambda$) entre les amplitudes de déformation de magnétostriction λ , mesurées parallèlement au champ magnétique (Ha) appliqué ($\lambda//H$) et perpendiculairement au champ magnétique (Ha) appliqué ($\lambda^\perp H$) sur trois échantillons rectangulaires (2, 3, 4) de ladite tôle ou bande dont les grands côtés sont respectivement parallèles à la direction de laminage (DL) de ladite tôle ou bande, parallèle à la direction travers (DT) de ladite tôle ou bande, et parallèle à la direction formant un angle de 45° avec ladite direction de laminage (DL) et ladite direction travers (DT), étant d'au plus 25ppm, et en ce que son taux de recristallisation est de 80 à 100%. Procédé de fabrication d'une telle tôle ou bande, noyau magnétique de transformateur réalisé à partir d'elle et transformateur le comportant.

**Tôle ou bande en alliage FeCo ou FeSi ou en Fe et son procédé de fabrication,
noyau magnétique de transformateur réalisé à partir d'elle et transformateur le
comportant**

5 La présente invention concerne les alliages de fer et de cobalt, particulièrement ceux qui ont une teneur de l'ordre de 10 à 35% de Co, et aussi le fer pur et les alliages de fer et de silicium qui ont une teneur de l'ordre de 3% de Si. Ces matériaux sont utilisés pour constituer des pièces magnétiques telles que des noyaux de transformateurs, notamment destinés à l'aéronautique.

10 Les transformateurs basse fréquence (≤ 1 kHz) embarqués dans les avions sont constitués principalement d'un noyau magnétique en alliage magnétique doux, feuilleté, empilé ou enroulé suivant les contraintes de construction, et d'enroulements primaire et secondaire(s) en cuivre. Les courants primaires d'alimentation sont variables dans le temps, périodiques mais pas nécessairement de forme purement sinusoïdale, ce
15 qui ne change pas fondamentalement les besoins du transformateur.

 Les contraintes pesant sur ces transformateurs sont multiples.

 Ils doivent avoir un volume et/ou une masse (en général les deux sont très liés) les plus réduits possibles, donc une densité de puissance volumique ou massique aussi élevée que possible. Plus la fréquence de fonctionnement est basse, plus la section de la
20 culasse magnétique et le volume (donc aussi la masse) de cette culasse sont importants, ce qui exacerbe l'intérêt de la miniaturiser dans les applications basse fréquence. Comme la fréquence fondamentale est très souvent imposée, cela revient à obtenir un flux magnétique de travail le plus élevé possible ou bien, si la puissance électrique délivrée est imposée, à réduire au maximum la section de passage du flux magnétique (et donc la
25 masse des matériaux), toujours pour accroître la puissance massique par réduction des masses embarquées.

 Ils doivent avoir une longévité suffisante (10 à 20 ans au minimum suivant les applications) pour permettre de les rentabiliser. De ce fait, le régime thermique de fonctionnement doit être bien pris en compte vis à vis du vieillissement du transformateur.
30 Typiquement une durée de vie minimale de 100 000 h à 200°C est souhaitée.

 Le transformateur doit fonctionner sur un réseau d'alimentation à fréquence grossièrement sinusoïdale, avec une amplitude de la tension efficace de sortie pouvant varier de façon transitoire jusqu'à 60% d'un moment à l'autre, et en particulier lors de la mise sous tension du transformateur ou lors de l'enclenchement brutal d'un actionneur
35 électromagnétique. Cela a pour conséquence, et par construction, un appel de courant au

primaire du transformateur au travers de la courbe d'aimantation non linéaire du noyau magnétique. Les éléments du transformateur (isolants et composants électroniques) doivent pouvoir supporter sans dommages de fortes variations de ce courant d'appel, ce que l'on nomme « effet d'inrush ».

5 Cet effet d'inrush peut être quantifié par un « indice d'inrush » I_n qui est calculé par la formule $I_n = 2.B_t + B_r - B_{sat}$, où B_t est l'induction nominale de travail du noyau magnétique du transformateur, B_{sat} est l'induction à saturation du noyau et B_r est son induction rémanente

10 Le bruit émis par le transformateur dû aux forces électromagnétiques et à la magnétostriction doit être suffisamment bas pour être conforme aux normes en vigueur ou pour satisfaire les exigences des utilisateurs et du personnel posté à proximité du transformateur. De plus en plus, les pilotes et copilotes d'aéronefs souhaitent pouvoir communiquer non plus à l'aide de casques mais par voie directe.

15 Le rendement thermique du transformateur est également très important à considérer, puisqu'il fixe à la fois sa température de fonctionnement interne et les flux de chaleur qui doivent être évacués, par exemple au moyen d'un bain d'huile entourant les enroulements et la culasse, associé à des pompes à huile dimensionnées en conséquence. Les sources de puissance thermique sont principalement les pertes par effet Joule issues des enroulements primaire et secondaires, et les pertes magnétiques
20 issues des variations du flux magnétique dans le temps et dans le matériau magnétique. Dans la pratique industrielle, la puissance thermique volumique à extraire est limitée à un certain seuil imposé par la taille et la puissance des pompes à huile, et la température limite de fonctionnement interne du transformateur.

25 Enfin, le coût du transformateur doit être maintenu aussi bas que possible afin d'assurer le meilleur compromis technico-économique entre coût des matériaux, de conception, de fabrication et d'entretien, et optimisation de la densité de puissance électrique (massique ou volumique) du dispositif au travers de la prise en compte du régime thermique du transformateur.

30 De manière générale, on a intérêt à rechercher la densité de puissance massique/volumique la plus élevée possible. Les critères à prendre en considération pour l'apprécier sont principalement l'aimantation à saturation J_s et l'induction magnétique à 800 A/m B_{800} .

On utilise actuellement deux technologies de fabrication des transformateurs embarqués basse fréquence.

Selon une première de ces techniques (dite « à noyau enroulé »), le transformateur comporte un circuit magnétique enroulé lorsque l'alimentation est monophasée. Lorsque l'alimentation est triphasée, la structure du noyau du transformateur est réalisée par deux noyaux toriques du type précédent accolés, et entourés par un troisième tore enroulé et formant un « huit » autour des deux noyaux toriques précédents. Cette forme de circuit impose en pratique une épaisseur faible de la tôle magnétique (typiquement 0,1mm). De fait, cette technologie est utilisée seulement lorsque la fréquence d'alimentation contraint, compte tenu des courants induits, à utiliser des bandes de cette épaisseur, c'est à dire typiquement pour des fréquences de quelques centaines de Hz.

Selon la seconde de ces techniques (dite « à noyau découpé-empilé »), on utilise un circuit magnétique empilé, quelles que soient les épaisseurs de tôles magnétiques envisagées. Cette technologie est donc valable pour toute fréquence inférieure à quelques kHz. Cependant un soin particulier doit être apporté à l'ébavurage, à la juxtaposition, voire à l'isolation électrique des tôles, afin de réduire à la fois les entrefers parasites (et donc optimiser la puissance apparente) et limiter les courants induits entre tôles.

Dans l'une ou l'autre de ces technologies, on utilise dans les transformateurs de puissance embarqués, et quelle que soit l'épaisseur de bande envisagée, un matériau magnétique doux à haute perméabilité. Deux familles de ces matériaux existent dans des épaisseurs de 0,35 mm à 0,1 voire 0,05 mm, et se distinguent clairement par leurs compositions chimiques :

- les alliages Fe-3% Si (les compositions des alliages sont, dans tout le texte données en % pondéraux) dont la fragilité et la résistivité électrique sont principalement contrôlées par la teneur en Si ; leurs pertes magnétiques sont assez faibles (alliages à grains non orientés N.O.) à faibles (alliages à grains orientés G.O.), leur aimantation à saturation J_s est élevée (de l'ordre de 2T), leur coût est très modéré ; il existe deux sous-familles de Fe-3% Si utilisées soit pour une technologie de noyau de transformateur embarqué, soit pour une autre :

- o les Fe-3%Si à Grains Orientés (G.O.), utilisés pour les structures de transformateur embarqué de type « enroulé » : leur perméabilité élevée ($B_{800} = 1.8 - 1.9 \text{ T}$) est liée à leur texture $\{110\} \langle 001 \rangle$ très prononcée ; ces alliages ont l'avantage d'être peu coûteux, faciles à mettre en forme, de grande perméabilité, mais leur saturation est limitée à 2 T, et ils présentent une non-linéarité très

marquée de la courbe d'aimantation qui peut provoquer des harmoniques très importantes ;

○ les Fe-3%Si à grains Non Orientés (N.O.), utilisés pour les structures de transformateur embarqué de type « découpé-empilé » ; leur perméabilité est plus réduite, leur aimantation à saturation est similaire à celle des G.O ;

- les alliages Fe-48% Co-2% V, dont la fragilité et la résistivité électrique sont principalement contrôlées par le vanadium ; ils doivent leurs perméabilités magnétiques élevées non seulement à leurs caractéristiques physiques (K_1 faible) mais aussi au refroidissement après recuit final qui règle K_1 à une valeur très basse ; du fait de leur fragilité, ces alliages doivent être mis en forme à l'état écroui (par découpe, estampage, pliage...), et une fois seulement que la pièce possède sa forme finale (rotor ou stator de machine tournante, profile en E ou I de transformateur) le matériau est alors recuit en dernière étape ; de plus, à cause de la présence de V, la qualité de l'atmosphère de recuit doit être parfaitement contrôlée pour ne pas être oxydante ; enfin le prix de ce matériau, très élevé (20 à 50 fois celui du Fe-3% Si - G.O.), est lié à la présence de Co et est grossièrement proportionnel à la teneur en Co ; des alliages Fe-Co à plus basses teneurs en Co (typiquement 18 ou 27%) existent aussi ; ils ont l'avantage d'être moins chers que les précédents, comme ils contiennent moins de Co, tout en apportant une aimantation à saturation aussi bonne, voire dans certain cas encore un peu plus élevée, que celle de l'alliage FeCo₄₈V₂ précédent ; cependant leur perméabilité magnétique et leurs pertes magnétiques sont significativement plus élevées que celles des alliages FeCo équiatomiques.

Seules ces deux familles de matériaux à haute perméabilité sont utilisées actuellement dans les transformateurs de puissance embarqués.

Excepté l'alliage FeCo équiatomique, les matériaux à haute saturation (Fe pur, Fe-Si ou Fe-Co à moins de 40%Co) ont une anisotropie magnétocristalline de plusieurs dizaines de kJ/m^3 , ce qui ne les autorise pas à avoir une perméabilité élevée dans le cas d'une distribution aléatoire des orientations cristallographiques finales. Dans le cas des tôles magnétiques à moins de 48% de Co pour transformateurs embarqués moyenne fréquence, on sait donc depuis longtemps que les chances de succès passent nécessairement par une texture aiguë caractérisée par le fait qu'en chaque grain, un axe $\langle 100 \rangle$ est très proche de la direction de laminage. La texture $\{110\}\langle 001 \rangle$ dite « de Goss » obtenue dans les Fe-Si par recristallisation secondaire en est un cas illustre. Cependant, selon ces travaux bibliographiques la tôle ne devait pas contenir de cobalt.

Plus récemment, on a montré dans le document US-A-3 881 967 qu'avec des additions de 4 à 6% de Co et 1 à 1,5% de Si, et en utilisant aussi une recristallisation secondaire, de hautes perméabilités pouvaient aussi être obtenues : $B_{800} \approx 1,98$ T, soit un gain de 0.02 T/% Co à 800 A/m par rapport aux meilleures tôles Fe 3% Si G.O. actuelles ($B_{10} \approx 1,90$ T). Il est cependant évident qu'une augmentation de seulement 4% du B_{800} n'est pas suffisante pour alléger sensiblement un transformateur. A titre comparatif, un alliage Fe-48% Co-2% V optimisé pour transformateur présente un B_{800} d'environ $2,15 \text{ T} \pm 0,05 \text{ T}$, ce qui permet un accroissement de flux magnétique à 800 A/m pour une même section de culasse d'environ $13\% \pm 3 \%$, à 2500 A/m d'environ 15 %, à 5000 A/m d'environ 16 %.

Il faut également signaler la présence, dans les Fe 3% Si -G.O., de gros grains dus à la recristallisation secondaire, et d'une très faible désorientation entre cristaux autorisant un B_{800} de 1,9 T, couplés à la présence d'un coefficient de magnétostriction λ_{100} très nettement supérieur à 0. Cela rend ce matériau très sensible aux contraintes de montage et de fonctionnement, ce qui ramène dans la pratique industrielle le B_{800} d'un Fe 3% Si G.O. en fonctionnement dans un transformateur embarqué à environ 1,8 T. C'est également le cas pour les alliages de US-A-3 881 967. Par ailleurs, le Fe-48% Co-2% V a des coefficients de magnétostriction d'amplitude encore 4 à 5 fois plus élevée que le Fe-3%Si, et une distribution aléatoire des orientations cristallographiques ainsi qu'une petite taille moyenne des grains (quelques dizaines de microns), ce qui le rend très sensible aux faibles contraintes notamment, qui amènent de très fortes variations de la caractéristique d'aimantation $J(H)$, et donc aussi de $B(H)$. Ces variations vont dans le sens de l'amélioration lorsque la contrainte est unidirectionnelle et en traction, dans le sens de la dégradation lorsque la contrainte est unidirectionnelle et en compression.

En fonctionnement, de par la hausse de l'aimantation et de l'induction à saturation, il faut considérer que le remplacement d'un Fe 3% Si G.O. par un Fe-48% Co-2% V amène un accroissement du flux magnétique à section constante du transformateur embarqué de l'ordre de 20 à 25 % pour des amplitudes de champ de fonctionnement de 800 à 5000 A/m, soit donc environ 0.5 % d'accroissement du flux magnétique par % Co. L'alliage de US-A-3 881 967 permet un accroissement de 1 % du flux magnétique par 1% de Co, mais comme on l'a dit, cet accroissement total (4 %) a été jugé beaucoup trop faible pour justifier le développement de ce matériau.

On a aussi proposé, notamment dans le document US-A-3 843 424 d'utiliser un alliage Fe-5 à 35% Co, comportant moins de 2% Cr et moins de 3% Si, et présentant une texture de Goss obtenue par recristallisation primaire et croissance normale de grain. Des

compositions Fe-27% Co-0.6% Cr ou Fe-18% Co-0.6% Cr sont citées comme permettant d'atteindre 2.08 T à 800 A/m et 2.3 T à 8000 A/m. Ces valeurs permettraient en fonctionnement, par rapport à une tôle Fe-3% Si-G.O. fonctionnant à 1.8 T à 800 A/m, et à 1.95 T à 5000 A/m, d'augmenter le flux magnétique dans une section de culasse donnée de 15% à 800 A/m et de 18% à 5000 A/m, et donc de réduire d'autant le volume ou la masse du transformateur. Ainsi on a proposé plusieurs compositions et procédés de fabrication d'alliages Fe-bas Co (avec des additions éventuelles d'éléments d'alliage) permettant de façon générale d'obtenir des inductions magnétiques à 10 Oe proches de celles accessibles avec les alliages commerciaux Fe-48% Co-2% V mais avec des teneurs en Co (et donc des prix de revient) sensiblement moindres (18 à 25 %).

Cependant, l'expérience montre que tous ces matériaux, lorsqu'ils sont obtenus et traités par les procédés habituels, présentent des magnétostrictions élevées, au moins selon certaines de leurs directions (en prenant, par exemple, la direction de laminage DL comme référence). Or, comme la direction de l'excitation magnétique peut fortement varier d'un endroit à un autre du circuit magnétique et au même instant, cette inhomogénéité de la magnétostriction selon les différentes directions peut très bien conduire à la génération d'un bruit de magnétostriction très significatif, même si la magnétostriction selon une direction déterminée s'avère faible.

Dans la technologie de noyau découpé-empilé il n'est pas connu que les alliages Fe-Ni soient utilisés dans les transformateurs aéronautiques. En effet ces matériaux ont une aimantation à saturation J_s (1,6 T au maximum pour le Fe-Ni50) bien plus faible que les Fe-Si (2 T) ou Fe-Co (> 2,3 T) ci-dessus et par ailleurs présentent des coefficients de magnétostriction pour le FeNi50 de $\lambda_{111} = 7$ ppm et $\lambda_{100} = 27$ ppm. Il en résulte une magnétostriction apparente à saturation $\lambda_{sat} = 27$ ppm pour un matériau polycristallin Fe-Ni50 de type « non orienté » (c'est-à-dire ne possédant pas de texture prononcée). Un tel niveau de magnétostriction est à l'origine d'un bruit élevé, et cela, ajouté à une aimantation à saturation J_s assez modérée, explique que ce matériau ne soit pas utilisé.

En résumé, les différentes problématiques auxquelles les concepteurs de transformateurs aéronautiques sont confrontés peuvent se poser ainsi.

En l'absence d'exigence forte sur le bruit dû à la magnétostriction, le compromis entre les exigences sur un faible effet d'inrush, une forte densité massique du transformateur, un bon rendement et des pertes magnétiques faibles conduisent à utiliser des solutions mettant en jeu des noyaux magnétiques enroulés en Fe-Si G.O., en Fe-Co ou en amorphes à base fer, ou des solutions mettant en jeu des noyaux magnétiques en pièces découpées et empilées en Fe-Si N.O. ou en Fe-Co.

Dans ce dernier cas, on utilise fréquemment des noyaux découpés-empilés en E ou en I en acier électrique FeSi N.O. ou G.O., ou en alliages FeCo tels que Fe49Co49V2. Mais puisque ces matériaux ont une magnétostriction importante et que la direction d'aimantation ne demeure pas toujours selon la même direction cristallographique dans une structure en E, ces structures de transformateur se déforment beaucoup et émettent un bruit important si leur dimensionnement est réalisé avec un niveau d'induction de travail habituel (environ 70% de J_s). Pour diminuer l'émission de bruit, il faut :

- soit réduire l'induction de travail, mais il faut alors augmenter dans le même rapport la section du noyau, donc son volume et sa masse pour conserver une même puissance transférée ;
- soit blinder acoustiquement le transformateur, d'où un surcoût et une augmentation de la masse et du volume du transformateur.

Dans ces conditions, il est loin d'être toujours possible de concevoir un transformateur répondant simultanément aux contraintes de poids et de bruit du cahier des charges.

Les exigences sur un faible bruit de magnétostriction étant de plus en plus répandues, il n'est pas possible de les satisfaire avec les technologies précédentes autrement qu'en augmentant le volume et la masse du transformateur, car on ne sait pas faire baisser le bruit autrement qu'en réduisant l'induction de travail moyenne B_t , donc en augmentant la section du noyau et la masse totale pour maintenir le même flux magnétique de travail. Il faut abaisser B_t à environ 1 T, au lieu de 1,4 à 1,7 T pour les Fe-Si ou les Fe-Co en l'absence d'exigences sur le bruit. Il faut aussi, souvent, capitonner le transformateur, d'où une augmentation de son poids et de son encombrement.

Seul un matériau à magnétostriction nulle permettrait, à première vue, de résoudre le problème, et à condition d'avoir une induction de travail supérieure à celle des solutions actuelles. Seuls les alliages Fe-80% Ni qui présentent une induction à saturation J_s de 0,75 T environ et les nanocristallins dont J_s est de 1,26 T environ présentent une si basse magnétostriction. Mais les alliages Fe-80%Ni ont une induction de travail B_t trop faible pour procurer des transformateurs plus légers que les transformateurs traditionnels. Seuls les nanocristallins permettraient cet allègement dans le cas d'un très faible bruit demandé. Lorsque le besoin en réduction de bruit est moins important, les nanocristallins s'avèrent constituer une solution relativement silencieuse, mais nécessitant un alourdissement trop conséquent par rapport à la solution consistant à abaisser l'induction de travail dans les solutions traditionnelles et/ou à capitonner le transformateur.

Mais les nanocristallins posent un problème majeur dans le cas d'une solution « transformateur embarqué » : leur épaisseur est d'environ 20 μm et ils sont enroulés en tore à l'état souple amorphe autour d'un support rigide, afin que la forme du tore soit conservée pendant tout le traitement thermique aboutissant à la nanocristallisation. Et ce support ne peut être enlevé après le traitement thermique, toujours pour que la forme du tore puisse être conservée, et aussi parce que le tore est ensuite souvent coupé en deux pour permettre une meilleure compacité du transformateur en utilisant la technologie du circuit enroulé précédemment décrite. Seules des résines d'imprégnation du tore enroulé peuvent le maintenir dans la même forme en l'absence du support qui est retiré après polymérisation de la résine. Mais après une découpe en C du tore nanocristallin imprégné et durci, on constate une déformation du C qui empêche les deux parties d'être remises exactement face à face pour reconstituer le tore fermé, une fois les bobinages insérés. Les contraintes de fixation des C au sein du transformateur peuvent aussi conduire à leur déformation. Il est donc préférable de conserver le support, ce qui alourdit le transformateur. De plus les nanocristallins présentent une aimantation à saturation J_s nettement plus basse que les autres matériaux doux (Fer, FeSi3%, Fe-Ni50%, FeCo, amorphe base fer), ce qui nécessite d'alourdir nettement le transformateur, puisque l'accroissement de section du noyau magnétique devra compenser la baisse d'induction de travail imposée par J_s . Aussi la solution « nanocristallin » ne serait utilisée qu'en ultime recours, si le niveau de bruit maximum exigé est bas et si une autre solution plus légère et peu bruyante n'apparaissait pas.

Le but de l'invention est de proposer un matériau pour constituer des noyaux de transformateurs ne présentant qu'une très faible magnétostriction, y compris lorsqu'ils sont soumis à une forte induction de travail qui permettrait de ne pas utiliser une masse de noyau magnétique trop importante, donc de procurer des transformateurs ayant une densité de puissance massique (ou volumique) élevée. De cette façon, les transformateurs qu'ils permettraient de réaliser pourraient avantageusement être utilisés dans des environnements tels qu'un poste de pilotage d'aéronef où un faible bruit de magnétostriction serait avantageux pour le confort des utilisateurs.

A cet effet, l'invention a pour objet une tôle ou bande en alliage ferreux laminée à froid et recuite, caractérisée en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

- traces $\leq$ Co $\leq$ 40% ;
- si Co $\geq$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 1% ;
- si traces $\leq$ Co < 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 3,5% ;

- si $\text{Co} < 35\%$, $\text{Si} + 0,6 \text{ \%Al} \leq 4,5 - 0,1 \text{ \%Co}$, de préférence $\text{Si} + 0,6 \text{ \%Al} \leq 3,5 - 0,1 \text{ \%Co}$;

- traces $\leq \text{Cr} \leq 10\%$;

- traces $\leq \text{V} + \text{W} + \text{Mo} + \text{Ni} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;

5 - traces $\leq \text{Mn} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;

- traces $\leq \text{Al} \leq 3\%$, de préférence $\leq 1\%$;

- traces $\leq \text{S} \leq 0,005\%$;

- traces $\leq \text{P} \leq 0,007\%$;

- traces $\leq \text{Ni} \leq 3\%$, de préférence $\leq 0,3\%$;

10 - traces $\leq \text{Cu} \leq 0,5\%$, de préférence $\leq 0,05\%$;

- traces $\leq \text{Nb} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Zr} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Ti} \leq 0,2\%$;

- traces $\leq \text{N} \leq 0,01\%$;

15 - traces $\leq \text{Ca} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Mg} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Ta} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{B} \leq 0,005\%$;

- traces $\leq \text{O} \leq 0,01\%$;

20 le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, en ce que, pour une induction de 1,8 T, l'écart maximal ($\text{Max } \Delta\lambda$) entre les amplitudes de déformation de magnétostriction λ , mesurées parallèlement au champ magnétique (H_a) appliqué ($\lambda//H$) et perpendiculairement au champ magnétique (H_a) appliqué ($\lambda^\perp H$) sur trois échantillons rectangulaires (2, 3, 4) de ladite tôle ou bande dont les grands côtés sont respectivement

25 soit parallèles à la direction de laminage (DL) de ladite tôle ou bande, soit parallèle à la direction travers (DT) de ladite tôle ou bande, soit parallèle à la direction formant un angle de 45° avec ladite direction de laminage (DL) et ladite direction travers (DT), étant d'au plus 25ppm, et en ce que son taux de recristallisation est de 80 à 100%.

Selon une variante de l'invention, $10\% \leq \text{Co} \leq 35\%$.

30 L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une bande ou tôle en alliage ferreux du type précédent, caractérisé en ce que :

-on élabore un alliage ferreux de composition :

- traces $\leq \text{Co} \leq 40\%$;

- si $\text{Co} \geq 35\%$, traces $\leq \text{Si} \leq 1\%$;

35 - si traces $\leq \text{Co} < 35\%$, traces $\leq \text{Si} \leq 3,5\%$;

- si $\text{Co} < 35\%$, $\text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1\% \text{Co}$, de préférence $\text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 3,5 - 0,1\% \text{Co}$;

- traces $\leq \text{Cr} \leq 10\%$;

- traces $\leq \text{V} + \text{W} + \text{Mo} + \text{Ni} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;

5 - traces $\leq \text{Mn} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;

- traces $\leq \text{Al} \leq 3\%$, de préférence $\leq 1\%$;

- traces $\leq \text{S} \leq 0,005\%$;

- traces $\leq \text{P} \leq 0,007\%$;

- traces $\leq \text{Ni} \leq 3\%$, de préférence $\leq 0,3\%$;

10 - traces $\leq \text{Cu} \leq 0,5\%$, de préférence $\leq 0,05\%$;

- traces $\leq \text{Nb}$ ou $\text{Zr} \leq 0,1\%$, de préférence $< 0,01\%$

- traces $\leq \text{Ni} \leq 3\%$, de préférence $\leq 0,3\%$;

- traces $\leq \text{Cu} \leq 0,5\%$, de préférence $\leq 0,05\%$;

- traces $\leq \text{Nb} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;

15 - traces $\leq \text{Zr} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Ti} \leq 0,2\%$;

- traces $\leq \text{N} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Ca} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{Mg} \leq 0,01\%$;

20 - traces $\leq \text{Ta} \leq 0,01\%$;

- traces $\leq \text{B} \leq 0,005\%$;

- traces $\leq \text{O} \leq 0,01\%$;

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration ;

- on le coule sous forme d'un lingot ou d'un demi-produit de coulée continue ;

25 - on met en forme à chaud ledit lingot ou demi-produit de coulée continue, sous forme d'une bande ou d'une tôle de 2 à 5 mm d'épaisseur, de préférence de 2 à 3,5 mm d'épaisseur ;

- on procède à au moins deux laminages à froid de ladite bande ou tôle, ayant chacun un taux de réduction de 50 à 80%, de préférence 60 à 75%, à une température qui est :

30 - de la température ambiante à 350°C si l'alliage a une teneur en Si telle que $3,5 - 0,1\% \text{Co} \leq \text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1\% \text{Co}$ et $\text{Co} < 35\%$, ou si l'alliage contient $\text{Co} \geq 35\%$ et $\text{Si} \leq 1\%$; et si le laminage à froid est précédé par un réchauffage, de préférence un étuvage, pendant une durée de 1h à 10h et à une température maximale de 400°C ;

35 - de la température ambiante à 100°C dans les autres cas ;

- lesdits laminages à froid étant chacun séparés par un recuit statique ou au défilé, dans le domaine ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 24 h, de préférence pendant 2 min à 1 h, à une température d'au moins 650°C, de préférence d'au moins 750°C, et d'au plus :

5 - 1400°C, si la teneur en Si de l'alliage est supérieure ou égale à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}} = 1,92 + 0,07 \%Co + 58 \%C$;

 - $T_{\alpha\text{-lim}} = T_0 + k \%Si$, où $T_0 = 900 + 2 \%Co - 2833 \%C$ et $k = 112 - 1250 \%C$, si la teneur en Si est inférieure à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}}$;

10 - ledit recuit séparant deux laminages à froid ayant lieu dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée inférieur à + 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C ;

15 - et on procède à un recuit final de recristallisation, statique ou au défilé, dans le domaine ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 48 h, à une température de 650 à $(900 + 2 \%Co)^\circ C$, de manière à obtenir un taux de recristallisation de la bande ou de la tôle de 80 à 100%.

Le recuit final de recristallisation peut être effectué sous vide, ou dans une atmosphère non oxydante pour l'alliage, ou dans une atmosphère hydrogénée.

20 Le recuit final de recristallisation peut être effectué dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée inférieur à + 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C.

25 Le premier laminage à froid peut être précédé par un recuit statique ou au défilé, dans le domaine ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 24 h, de préférence pendant 2 min à 10 h, à une température d'au moins 650°C, de préférence d'au moins 700°C, et d'au plus :

30 - 1400°C, si la teneur en Si de l'alliage est supérieure ou égale à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}} = 1,92 + 0,07 \%Co + 58 \%C$;

 - $T_{\alpha\text{-lim}} = T_0 + k \%Si$, où $T_0 = 900 + 2 \%Co - 2833 \%C$ et $k = 112 - 1250 \%C$, si la teneur en Si est inférieure à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}}$;

35 ledit recuit ayant lieu dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée

inférieur à + 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C.

On peut procéder, après le recuit final de recristallisation, à un recuit d'oxydation à une température entre 400 et 700°C, de préférence entre 400 et 550°C, pendant une
5 durée permettant d'obtenir une couche oxydée isolante d'épaisseur 1 à 10 µm à la surface de la tôle ou bande.

L'invention a également pour objet un noyau magnétique de transformateur, caractérisé en ce qu'il est composé de feuilles empilées ou enroulées dont au moins certaines ont été fabriquées à partir d'une tôle ou d'une bande du type précédent.

10 L'invention a pour objet un transformateur comportant un noyau magnétique, caractérisé en ce ledit noyau est du type précédent.

Comme on l'aura compris, l'invention repose sur l'utilisation comme matériau destiné à constituer des pièces magnétiques, telles que des éléments d'un noyau de transformateur, d'un alliage de type fer-cobalt ou fer-silicium, sur lequel on a effectué des
15 traitements thermiques et mécaniques bien définis, les traitements thermiques se situant tous dans le domaine ferritique de l'alliage. L'utilisation de fer pur ou très faiblement allié est également envisagée.

De manière tout à fait inattendue et que les inventeurs ne peuvent, pour l'instant, expliquer de façon assurément fondée, le résultat en est une magnétostriction qui, en
20 premier lieu, est très basse même dans des champs magnétiques d'intensité élevée pouvant aller jusqu'à, par exemple 1,8 ou 2 T.

Mais surtout, ce qui était particulièrement inattendu, cette magnétostriction présente une remarquable isotropie, même pour ces champs élevés. Elle demeure, en effet, quasiment nulle à la fois dans la direction de laminage de la tôle, dans la direction
25 travers (perpendiculaire à la direction de laminage) et dans la direction formant un angle de 45° avec ces deux directions, et ce jusqu'à un champ magnétique ambiant de 1 T au moins. Au-delà, la différence entre les magnétostrictions observées dans ces trois directions demeure remarquablement réduite jusqu'à un champ d'au moins 1,8 T, voire 2 T.

30 Ainsi, on obtient des transformateurs présentant un bruit de magnétostriction bas dans toutes les directions des tôles constituant leurs noyaux, donc un bruit de magnétostriction global particulièrement faible, les rendant aptes à constituer, notamment, des transformateurs embarqués pour aéronefs pouvant être placés dans le poste de pilotage sans gêner les conversations directes entre ses occupants.

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la description qui suit, donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui montre comment ont été prélevés et testés les échantillons de tôle qui ont été utilisés lors des essais décrivant l'invention et des essais de référence ;
- les figures 2, 3, 10, 11 et 12 qui montrent les courbes de magnétostriction, en fonction de l'intensité du champ magnétique selon diverses directions, d'échantillons d'un alliage FeCo27 obtenus par des procédés non conformes à l'invention ;
- les figures 4 à 9 qui montrent les courbes de magnétostriction, en fonction de l'intensité du champ magnétique selon diverses directions, d'échantillons d'un alliage FeCo27 obtenus par des procédés conformes à l'invention.

Les métaux et alliages auxquels s'applique l'invention sont le fer et des alliages ferreux à structure ferritique, contenant, en plus du fer et des impuretés et éléments résiduels résultant de leur élaboration, les éléments chimiques suivants. Tous les pourcentages sont des pourcentages pondéraux.

Ils contiennent entre des traces et 40% de Co. Le maximum de 40% est déterminé par la volonté de ne pas avoir lors des traitements thermiques une transition ordre-désordre trop rapide et aiguë. Cela empêcherait d'effectuer de multiples recuits postérieurement au laminage à chaud, et on verra que deux recuits, de préférence trois, précédant ou suivant un laminage à froid sont nécessaires à la mise en œuvre de l'invention. Effectuer davantage de laminages à froid avec leurs recuits intermédiaires correspondants est aussi possible lorsqu'on désire obtenir des bandes particulièrement fines utilisables dans un transformateur à noyau de type enroulé.

Le Co peut être présent en quantité limitée, seulement à l'état de traces résultant de l'élaboration, donc ne pas être ajouté volontairement, mais si $\text{Co} < 35\%$ il faut $\text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1\% \text{Co}$ et aussi $\text{Si} \leq 3,5\%$. Ainsi par exemple en l'absence de cobalt il faut une teneur de traces à 3,5% de Si, et de traces à 1% d'Al pour rester dans le cadre de l'invention. On se trouve alors dans le cas d'un alliage fer-silicium ou fer-silicium-aluminium, voire d'un fer pur ou très peu allié, auquel l'invention peut également s'appliquer.

Dans le cas d'un alliage fer-cobalt proprement dit (qui contiendrait donc moins de 3,5% de Si), une teneur en Co de 10 à 35% est préférée. L'invention s'applique le plus typiquement aux alliages Fe-Co d'un type classique contenant 27% de Co environ et aux alliages Fe-Si à environ 3% de Si.

L'alliage auquel s'applique l'invention contient une teneur en Si qui est :

- de traces à 0,5% si la teneur en Co est d'au moins 35% ;
- si la teneur en Co est de moins de 35% : $\text{Si} + 0,6 \% \text{Al} \leq 3,5 - 0,1 \% \text{Co}$.

5 Toutefois, on peut accepter une teneur en $\text{Si} + 0,6 \% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1 \% \text{Co}$ si les laminages sont effectués non strictement à froid, mais « à tiède », c'est-à-dire à une température allant jusqu'à 350°C, cette température de laminage étant de préférence obtenue par un étuvage, c'est-à-dire un chauffage dans une enceinte statique à une température peu élevée. Ce laminage à tiède (dont il est convenu qu'il est pleinement assimilable à un laminage à froid dans le cadre de l'invention) permet, par rapport à un
10 laminage effectué à la température ambiante, que le matériau se lamine mieux, soit plus ductile en déformation et risque moins de se fissurer lors du laminage à froid. Un chauffage statique, dans une étuve, de la bande laminée à chaud et bobinée ou de la tôle laminée à chaud permet de laisser assurément la bobine ou la tôle à la température visée pendant quelques heures, pour que la température devienne homogène dans tout le
15 matériau. Un four de recuit au défilé est moins bien adapté qu'une étuve à cet usage, car il n'est généralement pas dimensionné pour fonctionner à des températures aussi basses. Cet étuvage peut être effectué à l'air, la température maximale désirable n'étant en général pas suffisamment élevée pour provoquer une forte oxydation de la surface de la bande ou de la tôle, à laquelle le ou les recuits sous atmosphère hydrogénée qui suivront
20 ne pourraient pas remédier.

La température de réchauffage est à déterminer également en fonction du refroidissement que la bande ou la tôle subira, de façon prévisible, lors de son transfert entre l'installation de réchauffage et le laminoir. Il faut que la température de réchauffage soit suffisante pour que la température de la bande ou de la tôle au moment du laminage
25 à tiède soit celle visée, mais elle ne doit pas dépasser 400°C pour éviter une oxydation significative du matériau.

Bien entendu, l'emploi d'une atmosphère neutre ou réductrice pendant l'étuvage, ou le réchauffage de manière générale, n'est pas exclu.

La limitation de la teneur en Si, liée à la teneur en Al, en tenant compte de la
30 teneur en Co, est due au souci de conserver au matériau une bonne aptitude au laminage à froid, ou à une température significativement supérieure à l'ambiante mais néanmoins pas très élevée (cas d'un laminage à tiède jusqu'à 350°C, voir précédemment).

La teneur en Si est aussi gouvernée par la volonté de conserver en permanence lors de la fabrication du matériau une structure ferritique, ce qui s'avère important pour
35 l'obtention de la magnétostriction basse et isotrope sur laquelle repose l'invention.

Les inventeurs pensent qu'il pourrait être possible qu'une explication à l'isotropie remarquable de la magnétostriction des tôles selon l'invention réside dans le fait qu'au cours des traitements thermiques et des laminages à froid, la « filiation » ou l'« hérédité » de texture est totale, donc qu'il faut impérativement rester constamment dans le domaine ferritique.

En utilisant les termes de « filiation » ou « hérédité » de texture, on fait allusion aux phénomènes qui conduisent naturellement à une transformation progressive de la texture du matériau lors des opérations métallurgiques. Dans le cas de l'invention, il s'avère qu'il pourrait être important que cette transformation ne soit pas perturbée par des changements de phase qui se produiraient lors des traitements, de façon à conserver une « mémoire » de la texture initiale de laminage à chaud dans le matériau. C'est ce qui motive la volonté des inventeurs de faire en sorte que tous les traitements se passent intégralement dans le domaine ferritique de l'alliage.

La teneur en Cr peut aller de traces à 10%. Un ajout de Cr ne modifie que très peu l'énergie de défaut d'empilement du Fe, et ne modifie donc pas beaucoup les filiations de texture lors des traitements effectués selon l'invention. Il abaisse l'aimantation à saturation J_{sat} , et il n'est pas désirable d'en ajouter une quantité excédant 10% pour cette raison. En revanche, tout comme Si, il augmente sensiblement la résistivité électrique, donc diminue avantageusement les pertes magnétiques. Un refroidissement du transformateur permet, cependant, de tolérer davantage de pertes magnétiques, et une teneur en Cr faible, voire à l'état de traces, peut être acceptable dans ce cas.

Le total des teneurs en V, W, Mo et Ni est compris entre des traces et 4% de préférence entre des traces et 2%. Ces éléments augmentent la résistivité électrique, mais ils abaissent l'aimantation à saturation, ce que l'on ne souhaite généralement pas.

La teneur en Mn est comprise entre des traces et 4%, de préférence entre des traces et 2%. La raison de cette teneur maximale relativement basse est que Mn réduit l'aimantation à saturation qui est un des apports majeurs des FeCo. Mn n'accroît que peu la résistivité électrique. Surtout il est un élément gammagène, donc qui réduit la plage de températures permettant un recuit ferritique. On a vu que pour des questions liées à l'hérédité des microstructures ferritiques, il n'était pas souhaitable de sortir du domaine ferritique lors des traitements, et une présence excessive de Mn augmenterait les risques d'une telle sortie. La teneur en Al est comprise entre des traces et 3%, de préférence entre des traces et 1%. Al réduit l'aimantation à saturation et est beaucoup moins efficace que Si ou Cr pour accroître la résistivité électrique. Mais Al peut servir à étendre la plage

d'aptitude au laminage à froid de nuances FeCo très alliées lorsqu'on arrive aux limites des additions de silicium, comme cela a été dit précédemment.

La teneur en S est comprise entre des traces et 0,005%. En effet, S tend à former des sulfures avec le manganèse, et des oxysulfures avec Ca et Mg ce qui dégrade
5 fortement les performances magnétiques et en particulier les pertes magnétiques.

La teneur en P est comprise entre des traces et 0,007%. En effet, P peut former des phosphures d'éléments métalliques nuisibles aux propriétés magnétiques et au développement de la microstructure.

La teneur en Ni est comprise entre des traces et 3%, et de préférence moins de
10 0,5%. En effet, Ni n'accroît pas la résistivité électrique, réduit l'aimantation à saturation donc dégrade la densité de puissance et le rendement électrique du transformateur. Son addition n'est donc pas nécessaire.

La teneur en Cu est comprise entre des traces et 0,5%, de préférence moins de 0,05%. Cu est très peu miscible dans le Fe, le Fe-Si ou le Fe-Co, et forme donc des
15 phases riches en cuivre, non magnétiques, dégradant significativement les performances magnétiques du matériau ainsi que gênant fortement le développement de sa microstructure.

Les teneurs en Nb et Zr sont chacune comprises entre des traces et 0,1%, de préférence moins de 0,01% car Nb et Zr sont bien connus comme étant des inhibiteurs
20 puissants de la croissance de grain, et donc interféreront fortement et défavorablement avec le mécanisme métallurgique de filiation de texture que l'on soupçonne d'être à l'origine des bons résultats obtenus grâce à l'invention..

La teneur en Ti est comprise entre des traces et 0,2% afin de limiter la formation nocive de nitrures, qui dégraderaient significativement les propriétés magnétiques
25 (augmentation des pertes) et pourraient interférer avec les mécanismes de transformation de texture au cours des laminages-recuits.

La teneur en N est comprise entre des traces et 0,01%, là encore pour éviter une formation excessive de nitrures de toutes sortes.

La teneur en Ca est comprise entre des traces et 0,01% pour éviter la formation
30 d'oxydes et d'oxysulfures qui seraient néfastes pour les mêmes raisons que les nitrures de Ti.

La teneur en Mg est comprise entre des traces et 0,01% pour les mêmes raisons que Ca.

La teneur en Ta est comprise entre des traces et 0,01% car il peut gêner
35 fortement la croissance du grain.

La teneur en B est comprise entre des traces et 0,005% pour éviter la formation de nitrures de bore qui auraient les mêmes effets que les nitrures de Ti.

La teneur en O est comprise entre des traces et 0,01% pour éviter que des inclusions oxydées formées en quantités trop importantes n'aient les mêmes effets néfastes que les nitrures.

Ces teneurs maximales pour S, P, Ni, Cu, Nb, Zr Ti, N, Ca, Mg, Ta, B, O correspondent souvent à de simples impuretés résultant de l'élaboration de l'alliage, et sont communes dans les alliages Fe-Co et Fe-Si des types concernés par l'invention. Au besoin, un choix rigoureux des matières premières et des élaborations soignées permettent de les atteindre.

Concernant le procédé de fabrication qui conduit aux produits selon l'invention, il est le suivant.

On prépare un lingot ou un demi-produit coulé en continu, ayant la composition décrite ci-dessus. A cet effet, toutes méthodes d'élaboration et de coulée permettant d'obtenir cette composition sont utilisables. Dans le cas où on vise à obtenir un lingot, on recommande des procédés tels que les procédés de fusion à l'arc sous laitier, de fusion par induction sous laitier ou sous vide (VIM pour Vacuum Induction Melting). Ils sont, de préférence, suivis par des procédés de refusion pour l'obtention d'un lingot secondaire. Notamment, les procédés de types ESR (Electroslag Remelting) ou VAR (Vacuum Arc Remelting) sont particulièrement indiqués pour obtenir des alliages présentant une pureté optimale et de faibles fractions de précipités pour les applications privilégiées de l'invention.

Dans le cas le plus général de l'obtention d'un lingot de forme non parallélépipédique, une première mise en forme à chaud par forgeage ou laminage (blooming) pour lui conférer cette forme parallélépipédique est classiquement pratiquée. On obtient ainsi un lingot qui a souvent une épaisseur de l'ordre de 10 cm.

On procède à un laminage à chaud du lingot éventuellement mis en forme au préalable, ou du demi-produit de coulée continue, de façon habituelle, jusqu'à obtenir une tôle ou une bande d'épaisseur de 2 à 5 mm, de préférence entre 2 et 3,5 mm, par exemple d'épaisseur de l'ordre de 2,5 mm. Ce laminage à chaud constitue donc la dernière étape (ou la seule) de la mise en forme à chaud du procédé selon l'invention.

Puis, de façon préférentielle, on exécute un recuit, statique ou au défilé, de ladite tôle ou bande, dans le domaine ferritique, donc à une température comprise entre 650, de préférence 700°C, et une température qui garantit qu'on ne sortira pas du domaine

purement ferritique et qui dépend donc de la composition de l'alliage, pendant 1 minute à 10 heures.

Si la teneur en Si est supérieure ou égale à une limite notée $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}}$ qui dépend des teneurs en Co et en C, alors la température T_{th} de traitement thermique de ce recuit peut aller jusqu'à 1400°C.

Cette limite est $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}} = 1,92 + 0,07 \%Co + 58 \%C$

Si la teneur en Si est inférieure à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}}$ alors la température T_{th} de traitement thermique de ce recuit est telle que $T_{\text{th}} < T_{\alpha\text{-lim}}$ température limite supérieure de présence de la ferrite, avec

$T_{\alpha\text{-lim}} = T_0 + k \%Si$ où $T_0 = 900 + 2 \%Co - 2833 \%C$ et $k = 112 - 1250 \%C$

Ces conditions résultent d'une étude réalisée par les inventeurs sur les diagrammes de phase des alliages Fe-Co comportant divers autres éléments d'alliage.

Ce recuit doit être effectué dans une atmosphère hydrogénée sèche. L'atmosphère doit contenir entre 5% et, idéalement, 100% d'hydrogène, le restant étant constitué d'un ou plusieurs gaz neutres tels que l'argon ou l'azote. Une telle atmosphère peut résulter de l'emploi d'ammoniac craqué. Une teneur maximale de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage (oxygène, CO_2 , vapeur d'eau...) peut être présente, de préférence moins de 100 ppm.. Le point de rosée de l'atmosphère est au maximum de + 20°C, de préférence au maximum de 0°C, mieux au maximum de -40°C, optimalement au maximum de -60°C.

Cette atmosphère hydrogénée, donc réductrice, a pour fonctions, par rapport à une atmosphère qui serait simplement neutre, a fortiori oxydante :

- d'empêcher une oxydation de la surface de la tôle ou bande et des joints de grains ; une telle oxydation des joints de grains est très défavorable à la filiation de la texture, et s'il se confirmait que l'une des raisons du succès de l'invention était cette très bonne filiation de texture lors des traitements thermiques et des laminages à froid, on tiendrait là une condition importante pour la mise en œuvre de l'invention ;
- d'assurer une bonne transmission de la chaleur lors du recuit, notamment si celui-ci est effectué au défilé ; H_2 est de loin le gaz le plus caloporteur, et il permet d'obtenir des bandes laminables sans risques de casse en sortie de recuit, par évitement d'une mise en ordre fragilisante, grâce à une efficace extraction de la chaleur de la bande recuite dans la zone de mise en ordre (soit entre 500 et 700°C).

Après ce recuit optionnel mais préféré, on procède à un refroidissement naturel ou forcé de la tôle ou bande, dans des conditions qui évitent une fragilisation excessive de la bande. Pour une teneur en Co de plus de 20%, cette vitesse de refroidissement doit être d'au moins 1000°C/h. Pour une teneur en Co de 20% et moins, incluant donc le cas des alliages FeSi des types concernés par l'invention, il n'est pas nécessaire de fixer une

On procède (soit après le recuit optionnel ci-dessus, soit après le laminage à chaud) ensuite à un premier laminage à froid à un taux de réduction de 50 à 80% de préférence 60 à 75%, et à une température comprise entre la température ambiante (par exemple 20°C) et 350°C. La limite supérieure de 350°C correspond au cas où, comme on l'a vu, un laminage « à tiède », est pratiqué, le réchauffage étant réalisé de préférence par un étuvage, pour les alliages relativement riches en Si. Dans le cas général, la température du laminage à froid est de la température ambiante à 100°C.

Un taux de réduction trop faible (moins de 50%) lors d'au moins l'un des laminages à froid ou « à tiède » ne permet pas, comme on le verra, d'obtenir la faible et isotrope magnétostriction recherchée. Un taux de réduction trop élevé (supérieur à 80%) serait susceptible de modifier trop fortement la texture du matériau de sorte que la magnétostriction en sera dégradée.

On effectue ensuite un recuit, statique ou au défilé, dans le domaine ferritique, à une température de palier comprise entre 650 et 930°C, de préférence entre 800 et 900°C, et pendant 1 min à 24 heures, de préférence 2 min à 1 h, en atmosphère hydrogénée (partielle ou totale) sèche telle que définie plus haut, pour les raisons vues à propos du recuit optionnel suivant le laminage à chaud, suivi d'un refroidissement à effectuer dans des conditions similaires à celles décrites pour le recuit optionnel et pour les mêmes raisons.

On effectue ensuite un deuxième laminage à froid, dont les caractéristiques sont situées dans les mêmes gammes que celles déjà exposées pour le premier laminage à froid.

On effectue enfin un recuit final de recristallisation, statique ou au défilé, sous une atmosphère préférentiellement hydrogénée (partielle ou totale) comme les atmosphères des précédents recuits. Mais ce recuit final peut aussi être effectué sous vide, sous gaz neutre (argon par exemple) ou même à l'air, dans le domaine ferritique, à une température de 650 à $[900 + (2 \times \%Co)]^\circ\text{C}$, pendant une durée de 1 minute à 48 heures. Une atmosphère hydrogénée n'est plus forcément nécessaire pour ce dernier recuit, car à ce stade le métal peut avoir déjà atteint ses dimensions définitives, en

particulier en épaisseur, voire aussi pour ce qui est de son périmètre, notamment si un découpage a déjà eu lieu pour conférer aux pièces du futur empilement leurs formes et dimensions définitives. Dans ce cas, même si une absence d'hydrogène conduisait à une fragilisation du métal lors de ce recuit de recristallisation, cela serait sans conséquences s'il ne restait plus qu'à empiler les pièces pour former le noyau.

Si le recuit final se prolonge trop, on risque d'obtenir déjà à 900-930°C pour un alliage Fe-Co un creusement des joints de grain en surface du matériau qui dégradera les pertes magnétiques, et aussi une oxydation aux joints de grains, même si on utilise une atmosphère réductrice et sèche, qui aura le même effet. Dans ces conditions, il y aurait une dégradation des pertes magnétiques, et la magnétostriction basse et isotrope visée par l'invention serait également dégradée. Un taux de recristallisation final de 100% est préféré mais n'est pas obligatoire, car on verra dans les exemples que des taux de recristallisation de 90% peuvent déjà suffire pour obtenir des résultats satisfaisants en termes de faiblesse et d'isotropie de la magnétostriction. On estime à 80% le taux de recristallisation minimal nécessaire.

Après le recuit final de recristallisation qui permet d'obtenir les propriétés magnétiques définitives du matériau, on peut ajouter un recuit supplémentaire d'oxydation du matériau, à une température entre 400 et 700°C, de préférence entre 400 et 550°C, permettant une oxydation forte mais superficielle du matériau sur au moins une de ses faces, sans risquer d'oxydation intergranulaire puisque celle-ci est connue pour se produire à de plus hautes températures. Cette couche d'oxydation a une épaisseur de 0,5 à 10 μm . et garantit une isolation électrique entre les pièces empilées du noyau magnétique de transformateur, ce qui permet de réduire substantiellement les courants induits et donc les pertes magnétiques du transformateur.

On a décrit un procédé de fabrication comportant deux étapes de laminage à froid et deux ou trois recuits. Mais il demeurerait conforme à l'invention d'exécuter davantage d'étapes de laminage à froid semblables à celles qui ont été décrites, pouvant être séparées par des recuits intermédiaires semblables au premier des recuits obligatoires qui ont été décrits.

Il doit être bien compris que chacun des laminages à froid à taux de réduction de 50 à 80%, de préférence 60 à 75%, dont on a parlé peut être effectué de façon progressive, en plusieurs passes successives non séparées par un recuit intermédiaire.

Le résultat final est une tôle ou une bande laminée à froid et recuite dont l'épaisseur est typiquement de 0,05 à 0,3 mm, de préférence au plus de 0,25 mm, mieux au plus de 0,22 mm pour limiter les pertes magnétiques, qui a la particularité de présenter

de très basses magnétostrictions λ dans les trois directions DL (direction de laminage), DT (direction travers) et 45° (direction médiane entre DL et DT), mesurées à la fois parallèlement et perpendiculairement à la direction du champ appliqué, et surtout une différence très faible entre les magnétostrictions la plus élevée et la plus faible de celles mesurées, et ce pour différentes inductions de 1,2 T à 1,8 T. Ces inductions sont celles auxquelles il est souvent souhaitable de faire fonctionner les transformateurs aéronautiques embarqués utilisant des noyaux en Fe-Co ou Fe-Si pour obtenir, en plus de la faible magnétostriction et du faible effet d'inrush, une masse de transformateur aussi réduite que possible. 1,8 T, notamment, est une induction intéressante pour obtenir un transformateur aussi léger et peu bruyant que possible.

On comprend bien que pour obtenir un faible bruit de magnétostriction du transformateur, il ne serait guère utile d'obtenir une magnétostriction faible seulement dans une ou quelques direction(s) qu'on définirait par rapport à la direction de laminage et à la direction du champ, en conservant une magnétostriction relativement forte dans les autres directions. On prend donc comme critère de satisfaction de l'utilisateur l'écart maximal « Max $\Delta\lambda$ » entre les amplitudes de magnétostriction observées lors des mesures effectuées sur trois types d'échantillon issus d'un même matériau et représentés sur la figure 1. Les exemples qui suivront se fonderont sur cette méthode d'évaluation

Ces échantillons sont prélevés sur une bande 1 préparée selon l'invention ou selon un procédé de référence, en fonction de l'exemple. Sa direction de laminage DL, sa direction travers DT et sa direction médiane 45° sont représentées par des flèches. Trois types d'échantillons sont prélevés sur la tôle 1 pour la réalisation des essais de magnétostriction.

Type 1 : échantillons 2 rectangulaires allongés (par exemple 120x15 mm) découpés de telle sorte que la direction LONG de l'échantillon 2 soit parallèle à DL. Le champ magnétique H_a sera appliqué durant la mesure de déformation, par une bobine d'excitation de même axe que la direction LONG de l'échantillon 2, donc également selon la direction LONG de l'échantillon 2. Les mesures de déformation, nommées $\lambda^{H//DL}$, sont effectuées aussi bien selon la direction du champ ($\lambda//H$), que perpendiculairement à celle-ci ($\lambda \perp H$) et il en résulte donc deux valeurs de magnétostriction pour l'échantillon 2 de type 1.

Type 2 : échantillons 3 rectangulaires allongés (par exemple 120x15 mm) découpés de telle sorte que la direction LONG de l'échantillon 3 soit parallèle à l'axe situé à 45° de DL et DT. Le champ magnétique H_a sera appliqué durant la mesure de déformation, par une bobine d'excitation de même axe que la direction LONG de

l'échantillon 3, également selon la direction LONG de l'échantillon 3. Les mesures de déformation, nommées $\lambda^{H/45^\circ}$, sont effectuées aussi bien selon la direction du champ ($\lambda//H$), que perpendiculairement à celle-ci ($\lambda \perp H$) et il en résulte donc deux valeurs de magnétostriction pour l'échantillon 3 de type 2.

5 Type 3 : échantillons 4 rectangulaires allongés (par exemple 120x15 mm) découpés de telle sorte que la direction LONG de l'échantillon 4 soit parallèle à DT. Le champ magnétique H_a sera appliqué durant la mesure de déformation, par une bobine d'excitation de même axe que la direction LONG de l'échantillon 4, également selon la direction LONG de l'échantillon 4. Les mesures de déformation, nommées $\lambda^{H/DT}$, sont
10 effectuées aussi bien selon la direction du champ ($\lambda//H$), que perpendiculairement à celle-ci ($\lambda \perp H$) et il en résulte donc deux valeurs de magnétostriction pour l'échantillon 4 de type 3.

La grandeur $\text{Max } \Delta\lambda$, représentative de l'isotropie de la magnétostriction, est donc calculée en prenant en compte la valeur la plus élevée et la valeur la plus faible
15 parmi ces six valeurs de λ mesurées sur les échantillons 2, 3, 4 issus d'une même bande 1 de matériau comme indiqué sur la figure 1.

Pour qu'une tôle ou une bande soit déclarée conforme à l'invention, on convient que la valeur maximale $\text{Max } \Delta\lambda$ mesurée pour une induction de 1,8 T doit être au maximum de 25 ppm.

20 Les dix essais qui vont être décrits ont été réalisés sur des échantillons d'un alliage de type FeCo27 dont on va indiquer les compositions détaillées. Mais l'invention serait applicable de façon tout à fait comparable à tous les alliages relevant de cette catégorie connue en elle-même et utilisée de façon courante dans des noyaux de transformateurs, sans toutefois que l'intérêt de la texturation très faible mais non nulle qui
25 va être décrite, avec des moyens pour l'obtenir, n'ait été jusqu'à présent identifié.

Deux alliages FeCo27 issus de coulées différentes, mais de compositions très voisines pour que les résultats d'essais soient directement comparables, ont été testés. L'alliage A a été utilisé pour les essais de référence 1 et 2, l'alliage B a été utilisé pour les essais selon l'invention 3 à 9 et pour l'essai de référence 10.

30

	Alliage A (%)	Alliage B (%)
C	0,010	0,009
Mn	0,261	0,256
Si	0,142	0,153
S	0,0023	0,0042

P	0,0025	0,0055
Ni	0,030	0,030
Cr	0,514	0,498
Mo	< 0,005	< 0,005
Cu	0,009	0,010
Co	27,09	27,32
V	0,01	0,01
Al	< 0,001	<0,001
Nb	< 0,001	<0,001
Ti	< 0,001	<0,001
N	0,0015	0,0044
Ca	< 0,0003	<0,0003
Mg	< 0,0002	< 0,0002
Ta	< 0,002	< 0,002
B	< 0,0005	< 0,0005
Fe	71,8	71,5

Tableau 1 : Compositions des alliages des essais

On a préparé des échantillons de cet alliage de la façon suivante.

- 5 On a élaboré l'alliage au four à induction sous vide, puis on l'a coulé sous forme d'un lingot de 30 à 50kg, conique, de diamètre allant de 12 cm à 15 cm, de hauteur 20 à 30 cm, que l'on a ensuite laminé sur un laminoir dégrossisseur jusqu'à une épaisseur de 80 mm, puis laminé à chaud à une température de 1000°C environ jusqu'à lui conférer une épaisseur de 2,5 mm.
- 10 Puis on a effectué sur ces produits laminés à chaud des suites de recuits et de laminages à froid (LAF) à moins de 100°C dans les conditions suivantes :
 - échantillon 1 : LAF 1 à taux de réduction 84% ; recuit 1 au défilé à 1100°C durant 3 min; LAF 2 à taux de réduction de 50% ; recuit 2 statique à 900°C, 1 h ;
 - 15 - échantillon 2 : LAF 1 à taux de réduction 84% ; recuit 1 au défilé à 1100°C durant 3 min; LAF 2 à taux de réduction de 50% ; recuit 2 statique à 700°C, 1 h ;

- échantillon 3 : recuit 1 au défilé à 900°C durant 8 min; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 660°C, 1 h ;
- échantillon 4 : recuit 1 à 900°C au défilé durant 8 min; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 à 900°C au défilé durant 8 min; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 680°C, 1 h ;
- échantillon 5 : recuit 1 à 900°C au défilé durant 8 min; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 à 900°C durant 8 min; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 700°C, 1 h ;
- échantillon 6 : recuit 1 au défilé à 900°C durant 8 min; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé à 900°C durant 8 min; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 720°C, 1 h ;
- échantillon 7 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 750°C, 1 h ;
- échantillon 8 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 810°C, 1 h.
- échantillon 9 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 900°C, 1 h.
- échantillon 10 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 1100°C, 1 h.
- échantillon 11 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C ; LAF 1 à 80% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé durant 8 min à 900°C ; LAF 2 à 40% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 700°C, 1 h.
- échantillon 12 : recuit 1 au défilé durant 8 min à 900°C ; LAF 1 à 70% de taux de réduction ; recuit 2 au défilé à 1100°C durant 8 min; LAF 2 à 70% de taux de réduction ; recuit 3 statique à 700°C, 1 h.

Tous les recuits de tous les échantillons ont été réalisés sous atmosphère d'hydrogène pur et sec à point de rosée inférieur à -40°C. Aucune autre espèce gazeuse n'était présente à raison de plus de 3 ppm.

Ainsi, les échantillons 1 et 2 de référence ont subi un laminage à froid directement après les traitements à chaud, puis un recuit à haute température (1100°C)

dans le domaine austénitique, puis un deuxième laminage à froid, puis un recuit final à 900°C (essai 1) ou 700°C (essai 2) dans le domaine ferritique.

Les échantillons selon l'invention 3 à 9 ont commencé, après les traitements à chaud, par subir un recuit à 900°C, puis un premier laminage à froid, puis un deuxième recuit à 900°C, puis un deuxième laminage à froid, puis un recuit final à une température variable selon les essais, de 660 à 900°C. Tous les recuits ont donc eu lieu dans le domaine ferritique, conformément à l'invention, et ont été au nombre de trois, contre deux pour les deux premiers échantillons de référence 1 et 2. Tous les laminages à froid ont été effectués avec un taux de réduction de 70%.

L'échantillon 10 de référence a d'abord subi un recuit ferritique à 900°C tout comme les échantillons selon l'invention et contrairement aux deux autres échantillons de référence, puis un premier laminage à froid, puis un recuit intermédiaire à 900°C, donc dans le domaine ferritique, puis un deuxième laminage à froid, puis un recuit final à une température de 1100°C, donc dans le domaine austénitique. Il a, ainsi, subi un traitement comparable à celui des échantillons 3 à 9 selon l'invention, à part le fait que le recuit final a eu lieu dans le domaine austénitique. Tous ses laminages à froid ont été effectués à 70% de taux de réduction, comme pour les échantillons selon l'invention.

L'échantillon de référence 11, après les traitements à chaud, a subi un recuit à 900°C, puis un premier laminage à froid à 80% au lieu de 70% comme tous les échantillons 3 à 10 (ce qui demeure conforme à l'invention), puis un deuxième recuit à 900°C, puis un deuxième laminage à froid à 40%, donc de façon non conforme à l'invention, au lieu de 70% comme tous les échantillons 3 à 10, puis un recuit final à une température de 700°C, donc dans le domaine ferritique.

L'échantillon de référence 12 est assez similaire à l'échantillon 10, de par son passage par le domaine austénitique, qui s'effectue cependant à une étape différente du traitement. Il a d'abord subi un recuit ferritique à 900°C, tout comme les échantillons selon l'invention et contrairement aux deux premiers échantillons de référence, puis un premier laminage à froid, puis un recuit intermédiaire dans le domaine austénitique à 1100°C, donc de façon non conforme à l'invention, puis un deuxième laminage à froid, puis un recuit final à une température de 700°C, donc dans le domaine ferritique. Il a, ainsi, subi un traitement comparable à celui des échantillons 3 à 9 selon l'invention, à part le fait que le recuit intermédiaire a eu lieu dans le domaine austénitique. Tous ses laminages à froid ont été effectués à 70% de taux de réduction, comme pour les échantillons selon l'invention.

Les caractéristiques des différents échantillons ainsi obtenus, en termes de présence d'une texture de Goss ou $\{111\}<110>$ mesurée par RX, de diamètre moyen des grains mesuré par analyse d'images des échantillons, caractérisés par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), et de fraction recristallisée, mesurée en surface par la même technique EBSD, et en faisant l'hypothèse que la fraction surfacique est la fraction volumique) sont résumées dans le tableau 2.

Essai	Taux de réduction des laminages à froid	Température recuit final (°C)	Alliage	% texture de Goss	% texture $\{111\}<110>$	Diamètre des grains (μm)	Fraction recristallisée
1	84/50%	900 (mais recuit 1 à 1100°C)	A	10	10	150	100%
2	84/50%	700 (mais recuit 1 à 1100°C)	A	7	10	15	100%
3	70/70%	660	B	10	10	16	90%
4	70/70%	680	B	9	11	18	95%
5	70/70%	700	B	10	12	20	100%
6	70/70%	720	B	10	11	23	100%
7	70/70%	750	B	12	10	26	100%
8	70/70%	810	B	13	11	44	100%
9	70/70%	900	B	12	15	95	100%
10	70/70%	1100 (recuits 1 et 2 à 900°C)	B	4	7	285	100%
11	80/40%	700	B	17	8	22	100%
12	70/70%	700 (mais recuit 2 à 1100°C)	B	6	11	21	100%

Tableau 2 : Texture, diamètre des grains et taux de recristallisation des échantillons testés en fonction de leurs conditions de traitement

Les différentes gammes de traitements métallurgiques appliquées ont conduit à des tailles de grain finales sensiblement identiques entre les références et les essais selon l'invention, c'est-à-dire une plage de taille de grain de 300 à 15 μm environ : plus précisément de 16 à 95 μm pour les essais selon l'invention, c'est à dire lorsque tous les recuits sont réalisés dans le domaine ferritique ; de 15 à 285 μm pour les références, c'est à dire lorsqu'au moins une étape du procédé se passe hors du domaine ferritique. On voit

ainsi que l'étendue de taille de grain est similaire et n'a pas de lien avec les basses magnétostrictions obtenues. Mais l'essai 2, dont le recuit final a été réalisé à 700°C, a conduit à une taille de grains nettement plus basse que celle des essais 1 et 10 de référence et 9 selon l'invention, et qui est du même ordre de grandeur que celles des
5 essais selon l'invention 3 à 8 qui ont aussi été réalisés à des températures voisines de 700°C. De manière générale, les gammes métallurgiques des essais selon l'invention procurent une taille de grains (entre 16 et 95 μm selon les essais) relativement proche de celle des essais de référence, et en tout cas assez conforme à ce que l'on pouvait attendre a priori, notamment au vu des conditions du recuit final. On notera que
10 l'exécution d'un recuit à 900°C avant le premier laminage à froid dans les essais selon l'invention et l'essai 10 de référence n'affecte pas sensiblement, à elle seule, la taille des grains obtenue à l'issue de l'ensemble du procédé par rapport aux essais de référence 1 et 2 où le laminage à froid a été effectué directement sur l'échantillon laminé à chaud.

De manière plus surprenante, les différences sensibles entre les gammes de
15 traitement des différents essais n'ont pas conduit à des différences très significatives sur les textures finales des matériaux, du point de vue de la proportion de texture de Goss et de la proportion de texture $\{111\}<110>$.

Puis les magnétostrictions (mesurées en ppm) sur les différents échantillons 1 à 3, 5, 7 à 12 découpés, selon différentes directions DL, DT et à 45° de DL et DT comme
20 indiqué sur la figure 1 (la direction mentionnée est la direction de la tôle selon laquelle se situe le grand côté de l'échantillon rectangulaire), ont été observées, mesurées soit parallèlement au grand côté de l'échantillon (donc également parallèlement à la direction du champ magnétique appliqué et du flux magnétique de l'induction B générée) et notée « //H », soit perpendiculairement au grand côté de l'échantillon (donc perpendiculairement
25 à la direction du champ magnétique appliqué et du flux magnétique de l'induction B générée) et notée « $\perp$ H ». Les mesures ont été réalisées de façon continue sur une large gamme de B et exploitées précisément pour trois amplitudes d'induction magnétique B : 1,2 T, 1,5 T et 1,8 T. Les résultats sont résumés dans le tableau 3, où les différents échantillons sont désignés par leur composition A ou B et par la température de leur recuit
30 final. On n'a pas réalisé les mesures sur les échantillons 4 et 6, mais il est assuré qu'elles auraient été très comparables à celles des échantillons selon l'invention traités à des températures de recuit final voisines des leurs.

Essai	Echantillon (composition, température de recuit final)	Direction de mesure de la déformation de magnétostriction	B = 1,2 T			B = 1,5 T			B = 1,8 T			Max	Max	Max
			$\lambda^{H/DL}$ (ppm)	$\lambda^{H/45^\circ}$ (ppm)	$\lambda^{H/DT}$ (ppm)	$\lambda^{H/DL}$ (ppm)	$\lambda^{H/45^\circ}$ (ppm)	$\lambda^{H/DT}$ (ppm)	$\lambda^{H/DL}$ (ppm)	$\lambda^{H/45^\circ}$ (ppm)	$\lambda^{H/DT}$ (ppm)	$\Delta\lambda$ 1,2 T	$\Delta\lambda$ 1,5 T	$\Delta\lambda$ 1,8 T
1	A, 900°C	// H	+4,5	+3	+11	+9	+5	+18	+12	+10	+22	31	44	66,5
		$\perp$ H	-1,5	-4	-20	-5	-10,5	-35	-11	-17,5	-44,5			
2	A, 700°C	// H	+1,2	+7	+8	+21	+13	+14	+30	+21	+21,5	22	38,5	54
		$\perp$ H	-10	-4	-4,5	-17,5	-8	-9	-24	-14	-14			
3	B, 660°C	// H	0	+2	0	+5	+9	+2,5	+10	+12,5	+8	4	15	20,5
		$\perp$ H	0	-2	0	-2	-6	-2	-5,5	-8	-6			
5	B, 700°C	// H	0	0	0	+0,5	0	0	+5	+4,5	+3	0	2,5	10
		$\perp$ H	0	0	0	-0,5	-2	0	-5	-5	-2,5			
7	B, 750°C	// H	0	0	+1	0	+1	+1,5	+2	+5	+6	1	2,5	9
		$\perp$ H	0	0	0	0	-1	-0,4	-0,5	-3	-2			
8	B, 810°C	// H	0	0	0	0,5	+2	+3	+4,5	+5,5	+7,5	0	6	15
		$\perp$ H	0	0	0	0	-1	-3	-3	-4,5	-7,5			
9	B, 900°C	// H	0	-1	0	0	-2	0	-1	-1,5	+2,5	1,5	3	5
		$\perp$ H	0	0,5	0	0,5	+1	0	+1	0	-2,5			
10	B, 1100°C	// H	+10	+13	+9,5	+17	+22,5	+17	22,5	+31	+25,5	20,5	34,5	47
		$\perp$ H	-7,50	-7	-6,50	-12	-10	-10	-16	-14	-14,5			
11	B, 700°C	// H	15	8,5	13	25	14	21,5	38	23	27	25	38,5	57,5
		$\perp$ H	-8	-3	-10	-12	-7	-17	-18,5	-12,5	-19,5			
12	B, 700°C	// H	8	9	10	14,5	15	15,5	22	22	22,5	15,5	25,5	36,5
		$\perp$ H	-4,5	-5	-5,5	-9	-9,5	-10	-14	-14	-14			

Tableau 3 : Résultats des essais de magnétostriction

On constate de très fortes différences de mesures de magnétostriction, en termes de valeur absolue et d'isotropie, entre les essais de référence 1, 2 pour lesquels le premier recuit a été effectué dans le domaine austénitique, et les essais selon l'invention 3 à 9 où tous les recuits ont été effectués dans le domaine ferritique, y compris le recuit optionnel précédant le premier laminage à froid, non réalisé dans les essais 1 et 2 de référence .

On voit également, d'après l'essai 10, qu'en échappant seulement en fin de procédé à la phase ferritique, par un recuit final effectué dans le domaine austénitique, la basse et isotrope magnétostriction visée n'est pas non plus obtenue, bien que là aussi on ait effectué un recuit ferritique précédant le premier laminage à froid.

L'essai de référence 11 montre que la basse et isotrope magnétostriction visée n'est pas, non plus, obtenue lorsque l'un des laminages à froid est effectué à un faible taux de réduction, même si tous les recuits ont lieu dans le domaine ferritique.

L'essai de référence 12 montre que la basse et isotrope magnétostriction visée n'est pas, non plus, obtenue lorsque le deuxième des trois recuits est effectué dans le domaine austénitique. Les exemples de référence 1 et 2 avaient un recuit austénitique effectué en début de traitement, après le premier laminage à froid, et l'exemple de référence 10 avait un recuit austénitique effectué en toute fin de traitement. L'exemple 12 complète donc la démonstration de la nocivité du recuit austénitique quelle que soit sa position dans le traitement.

Les figures 2 à 12 mettent ces différences en évidence.

La figure 2 traduit les résultats de magnétostriction observés lors de l'essai de référence 1. On y voit que même pour de faibles inductions de l'ordre, en valeur absolue, de 0,5T, la magnétostriction selon DT commence à devenir significative et s'accroît très rapidement avec l'induction. Pour DL et pour la direction à 45° de DT et DL, c'est à partir de 1 T environ que la magnétostriction se met à augmenter sensiblement et rapidement. Cela conduit à des déformations de magnétostriction importantes pouvant atteindre plusieurs dizaines de ppm dans certaines directions aux inductions de l'ordre de 2 T, et à une forte anisotropie de ces déformations, tout cela allant dans le sens de la création d'un bruit de magnétostriction trop intense pour les applications privilégiées de l'invention envisagées.

La figure 3 traduit les résultats de magnétostriction observés lors de l'essai de référence 2. On y observe que, par rapport à l'essai 1, l'isotropie de la magnétostriction est un peu améliorée, et certaines valeurs extrêmes de la magnétostriction sont un peu moindres. Mais à partir d'une induction de 1 T, la magnétostriction commence à devenir importante dans les trois directions considérées. Le matériau ainsi obtenu ne serait donc pas bien adapté, lui non plus, aux applications privilégiées de l'invention. La taille de grains nettement moindre dans l'échantillon de l'essai 2 que dans l'échantillon de l'essai 1 n'a donc pas très fondamentalement amélioré les résultats en magnétostriction.

La figure 4 traduit les résultats de magnétostriction observés lors de l'essai 3 selon l'invention. Dans ce cas, l'allure des courbes change radicalement. D'une part, on observe une magnétostriction qui demeure quasiment nulle dans toutes les directions considérées jusqu'à des valeurs de l'induction dépassant un peu 1 T. Et quand cette magnétostriction commence à augmenter pour des champs plus élevés, sa valeur demeure très significativement plus faible que lors des essais de référence 1 et 2. De plus, les écarts de magnétostriction entre les différentes directions demeurent relativement faibles, même pour les champs élevés. A 2 ou -2 T on a une magnétostriction qui n'atteint pas 15 ppm ou -10 ppm, et ce pour toutes les directions considérées. Ces résultats sont donc très

significativement meilleurs que pour les essais de référence, et ils sont suffisants pour rendre les matériaux ainsi préparés aptes à constituer, notamment, des noyaux de transformateurs aéronautiques embarqués à faible bruit.

La figure 5 traduit les résultats de magnétostriction observés lors de l'essai 7 selon l'invention. On retrouve qualitativement des courbes de magnétostriction très comparables à celles de l'essai 3 (figure 4), avec, de plus, une magnétostriction qui commence à devenir significative seulement pour des inductions d'au moins $\pm 1,5$ T. A ± 2 T, la magnétostriction peut être inférieure à 5 ppm et ne dépasse jamais 10 ppm. On a donc d'excellents résultats pour cet essai qui se distingue de l'essai 3 uniquement par sa température de recuit final de 750°C , au lieu de 660°C , ce qui a conduit à une recristallisation totale alors qu'elle n'était que de 90% dans l'essai 3.

La figure 6 traduit les résultats de magnétostriction observés lors de l'essai 8 selon l'invention, qui avait une température de recuit final de 810°C . On retrouve qualitativement des courbes de magnétostriction très comparables à celles de l'essai 3 (figure 4) et de l'essai 7 (figure 5). Quantitativement, les résultats sont bons, avec des valeurs maximales de la magnétostriction qui restent de l'ordre de ± 10 ppm même pour des inductions de ± 2 T, et un $\text{Max } \Delta\lambda$ de 15 ppm à 1,8T

Les figures 7 à 9 comparent les mesures de magnétostriction relevées pour les essais 5 et 9 selon l'invention. La figure 7 montre les essais réalisés selon la direction DT, la figure 8 montre les essais réalisés selon la direction 45° et la figure 9 montre les essais réalisés selon la direction DL. Les résultats sont très comparables et excellents pour les deux essais selon les directions DL et DT jusqu'à des inductions de $\pm 1,8$ T. Pour la direction 45° , la magnétostriction commence à ne plus être tout à fait négligeable à partir de 1,8 T environ dans le cas de l'essai 5, alors que dans l'essai 9 elle demeure très faible encore au-delà de 2 T. De manière générale, une température de recuit final de 900°C donne donc des résultats de magnétostriction meilleurs qu'un recuit final à 700°C . Mais déjà à 700°C la magnétostriction à 1,8T ne dépasse pas ± 5 ppm dans les trois directions de mesure, ce qui est très significativement meilleur que pour les essais de référence, à la fois pour la valeur absolue de la magnétostriction et pour son isotropie.

Les résultats de l'essai 9 sont particulièrement remarquables aux fortes inductions de 1,8 T voire un peu au-delà, tant sur la faiblesse de la magnétostriction que sur son isotropie.

La figure 10 montre les résultats de l'essai 10 de référence dans lequel le recuit final a été effectué à 1100°C , donc dans le domaine austénitique, alors que les deux recuits antérieurs 1 et 2, effectués à 900°C comme tous les recuits 1 et 2 des essais selon

l'invention, l'avaient été dans le domaine ferritique. On retrouve des courbes de magnétostriction selon les diverses directions comparables, qualitativement et quantitativement, à celles des autres essais de référence 1 et 2, vues sur les figures 3 et 4. On peut en conclure que le passage de l'alliage dans le domaine austénitique au cours d'un de ses recuits, même s'il ne se produit qu'en fin de traitement, constitue un facteur très important dans la non-obtention d'une magnétostriction faible et isotrope.

L'essai 11, dans lequel le deuxième laminage à froid a été réalisé avec un taux de réduction de seulement 40%, montre, selon la figure 11, un comportement conventionnel parabolique et peu isotrope de la magnétostriction en fonction de l'induction, donc un comportement hors de l'invention, avec par exemple une magnétostriction selon DL de plus de 35ppm à 1,5T, de près de 60ppm à 1,8T. On peut en conclure que la filiation de texture, modulée par les taux de réduction de laminage à froid, est effectivement bien contrôlée par les transformations de texture au cours des laminages à froid, ce qui restreint l'invention à certaines plages de taux de réduction.

La figure 12 montre les résultats de l'essai 12 de référence dans lequel le recuit intermédiaire a été effectué à 1100°C, donc dans le domaine austénitique, alors que les deux recuits 1 et 3 ont été effectués à 900°C comme tous les recuits 1 et 3 des.essais selon l'invention, donc dans le domaine ferritique. On retrouve des courbes de magnétostriction selon les diverses directions comparables à celles des autres essais de référence 1, 2 et 10, vues sur les figures 3, 4 et 10, avec toutefois une isotropie assez importante de la magnétostriction. Mais le niveau de la magnétostriction reste trop élevé, même pour des inductions relativement faibles. On peut en conclure, en conjonction avec l'essai 10, que le passage de l'alliage dans le domaine austénitique au cours d'un quelconque de ses recuits, constitue un facteur très important dans la non-obtention d'une magnétostriction à la fois faible et isotrope

On a également constaté avec surprise que les pertes magnétiques à différentes inductions (1, 1,2 et 1,5 T) étaient notablement inférieures dans le cas des matériaux obtenus selon l'invention à ce qu'elles sont pour les matériaux de référence à grains non orientés. On aurait pu penser que les exemples selon l'invention pourraient présenter des pertes magnétiques par courants induits inacceptables, à cause soit de leur structure non entièrement recristallisée (essais 3 et 4), soit de leurs microstructures à grains fins. Toutefois, les résultats présentés dans le tableau 4 démontrent le contraire. Ils ont été obtenus sur des échantillons de 0,2 mm d'épaisseur, de 100 mm de long et 20 mm de large découpés selon DL, plongés dans un champ magnétique de fréquence fondamentale 400 Hz et en asservissant l'induction magnétique selon une forme

temporelle sinusoidale. Les mesures ont été faites pour des amplitudes maximales de l'induction B d'intensité égale à 1, 1,2, 1,5 ou 1,8 T. Les pertes magnétiques sont exprimées en W/kg.

	Composition/recuit final	$B = 1 \text{ T}$	$B = 1,2 \text{ T}$	$B = 1,5 \text{ T}$	$B = 1,8 \text{ T}$
Essai 1 (référence)	A/900°C	40	50	78	113
Essai 2 (référence)	A/700°C	47	61	120	156
Essai 3 (invention)	B/660°C	48	62	90	130
Essai 5 (invention)	B/700°C	48	62	90	113
Essai 7 (invention)	B/750°C	32	44	65	96
Essai 8 (invention)	B/810°C	27	38	56	80
Essai 9 (invention)	B/900°C	22	30	45	63
Essai 10 (référence)	B/1100°C	35	48	75	101

5

Tableau 4 : Pertes magnétiques mesurées sur différents échantillons

Comme on le voit, les pertes magnétiques des échantillons produits selon l'invention et présentant des grains de taille réduite et une structure non complètement recristallisée (essais 3 et 4) ou complètement recristallisée grâce à un recuit final de 700°C ou davantage ne sont pas particulièrement élevées, et restent compétitives par rapport à celle obtenues sur les échantillons de référence. Surtout, les échantillons selon l'invention 100% recristallisés et produits avec un recuit final à 720°C et davantage (jusqu'à 810°C, essai 8 ou mieux 900°C essai 9) présentent des pertes magnétiques encore sensiblement améliorées par rapport aux échantillons de référence, y compris celui de l'essai 1 qui présente une taille de grain élevée et une structure 100% recristallisée. Cet avantage sur les pertes magnétiques n'est, pour l'instant, pas clairement expliqué par les inventeurs. Il est d'autant plus remarquable lorsqu'on se place à des inductions plus élevées que 1,5 T, comme 1,8 T (voir tableau 4), puisque les pertes magnétiques varient en fonction du carré de l'induction. C'est, là encore, un avantage pour une utilisation dans les transformateurs embarqués aéronautiques, dont le dimensionnement est fortement lié à l'évacuation des différentes pertes (par effet Joule et magnétiques)..

10

15

20

A noter que de façon surprenante, alors que la taille de grain importante de l'essai de référence 10 allait a priori dans le sens de l'obtention des pertes magnétiques les plus basses, c'est l'essai 9 de l'invention qui présente les pertes magnétiques les plus basses.

De manière générale, les résultats sont d'autant plus favorables en termes de pertes magnétiques que la température du recuit ferritique final est plus élevée, les meilleurs résultats étant obtenus pour l'échantillon de l'essai 9 qui a été recuit à 900°C.

Pour la magnétostriction, les températures de recuit ferritique entre 800 et 900°C montrent une anisotropie de déformation faiblement à très faiblement marquée et des écarts d'amplitudes Max $\Delta\lambda$ de magnétostriction ne dépassant, dans tous les cas, pas 6 ppm à 1,5T, 15 ppm à 1,8T, donc significativement meilleures que celles des échantillons des essais de référence.

De manière générale, on définit l'invention en disant, en particulier, que tous les recuits doivent avoir lieu dans le domaine ferritique, à une température minimale de 650°C et à une température maximale qui, compte tenu de la composition effective de l'alliage, se situe bien dans le domaine purement ferritique, sans qu'une transformation d'au moins une partie de la ferrite en austénite ne se produise. On a vu plus haut quelle était cette température maximale en fonction des teneurs en Si, Co et C de l'alliage.

Les bandes obtenues selon l'invention peuvent être utilisées pour constituer des noyaux de transformateur qui sont aussi bien du type « découpé-empilé » que du type « enroulé » tels que définis précédemment. Dans ce dernier cas, pour réaliser l'enroulement, il faut utiliser des bandes très minces de l'ordre de 0,1 à 0,05 mm d'épaisseur par exemple.

Comme on l'a dit, un recuit réalisé avant le premier laminage à froid est pratiqué de préférence dans le cadre de l'invention. Toutefois, ce recuit n'est pas indispensable, en particulier dans le cas où la bande laminée à chaud a séjourné longtemps à l'état bobiné lors de son refroidissement naturel. Dans ce cas, la température de bobinage étant souvent de l'ordre de 850-900°C, la durée de ce séjour peut être tout à fait suffisante pour qu'on obtienne sur la microstructure de la bande à ce stade des effets très comparables à ceux que procurerait un véritable recuit dans le domaine ferritique exécuté dans les conditions qui ont été dites pour le recuit optionnel avant le premier laminage à froid.

Les bandes et tôles selon l'invention permettent de fabriquer, notamment, après leur découpe, des noyaux de transformateurs composés de feuilles empilées ou enroulées, sans nécessiter de modifications de la conception générale des noyaux de ces types habituellement utilisés. On peut ainsi profiter des propriétés de ces tôles pour réaliser des transformateurs ne produisant qu'un faible bruit de magnétostriction par

rapport aux transformateurs existants de conception et dimensionnement similaires. Les transformateurs pour aéronefs destinés à être implantés dans un poste de pilotage sont une application typique de l'invention. On peut aussi utiliser ces tôles pour constituer des noyaux de transformateurs de masse plus élevée, donc destinés à des transformateurs de particulièrement forte puissance, tout en conservant un bruit de magnétostriction demeurant dans des limites acceptables. Les noyaux de transformateurs selon l'invention peuvent être intégralement constitués de feuilles réalisées à partir de bandes ou tôles selon l'invention, ou seulement partiellement dans les cas où on estimerait que leur association à d'autres matériaux serait avantageuse techniquement ou financièrement.

REVENDICATIONS

1.- Tôle ou bande en alliage ferreux laminée à froid et recuite (1), caractérisée en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

- 5 - traces $\leq$ Co $\leq$ 40% ;
 - si Co $\geq$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 1% ;
 - si traces $\leq$ Co $<$ 35%, traces $\leq$ Si $\leq$ 3,5% ;
 - si Co $<$ 35%, Si + 0,6 %Al $\leq$ 4,5 – 0,1 %Co, de préférence Si + 0,6 %Al $\leq$ 3,5 – 0,1 %Co ;
- 10 - traces $\leq$ Cr $\leq$ 10% ;
 - traces $\leq$ V + W + Mo + Ni $\leq$ 4%, de préférence $\leq$ 2% ;
 - traces $\leq$ Mn $\leq$ 4%, de préférence $\leq$ 2% ;
 - traces $\leq$ Al $\leq$ 3%, de préférence $\leq$ 1% ;
 - traces $\leq$ S $\leq$ 0,005% ;
- 15 - traces $\leq$ P $\leq$ 0,007% ;
 - traces $\leq$ Ni $\leq$ 3%, de préférence $\leq$ 0,3% ;
 - traces $\leq$ Cu $\leq$ 0,5%, de préférence $\leq$ 0,05% ;
 - traces $\leq$ Nb $\leq$ 0,1%, de préférence $\leq$ 0,01% ;
 - traces $\leq$ Zr $\leq$ 0,1%, de préférence $\leq$ 0,01% ;
- 20 - traces $\leq$ Ti $\leq$ 0,2% ;
 - traces $\leq$ N $\leq$ 0,01% ;
 - traces $\leq$ Ca $\leq$ 0,01% ;
 - traces $\leq$ Mg $\leq$ 0,01% ;
 - traces $\leq$ Ta $\leq$ 0,01% ;
- 25 - traces $\leq$ B $\leq$ 0,005% ;
 - traces $\leq$ O $\leq$ 0,01% ;

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, en ce que, pour une induction de 1,8 T, l'écart maximal (Max $\Delta\lambda$) entre les amplitudes de déformation de magnétostriction λ , mesurées parallèlement au champ magnétique (H_a) appliqué ($\lambda//H$) et

30 perpendiculairement au champ magnétique (H_a) appliqué ($\lambda^\perp H$) sur trois échantillons rectangulaires (2, 3, 4) de ladite tôle ou bande dont les grands côtés sont respectivement parallèles à la direction de laminage (DL) de ladite tôle ou bande, parallèle à la direction travers (DT) de ladite tôle ou bande, et parallèle à la direction formant un angle de 45° avec ladite direction de laminage (DL) et ladite direction travers (DT), étant d'au plus

35 25ppm, et en ce que son taux de recristallisation est de 80 à 100%.

2.- Tôle selon la revendication 1, caractérisée en ce que $10\% \leq \text{Co} \leq 35\%$.

3.- Procédé de fabrication d'une bande ou tôle en alliage ferreux (1) selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que :

-on élabore un alliage ferreux de composition :

- 5 - traces $\leq \text{Co} \leq 40\%$;
 - si $\text{Co} \geq 35\%$, traces $\leq \text{Si} \leq 1\%$;
 - si traces $\leq \text{Co} < 35\%$, traces $\leq \text{Si} \leq 3,5\%$;
 - si $\text{Co} < 35\%$, $\text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1\% \text{Co}$, de préférence $\text{Si} + 0,6\% \text{Al} \leq 3,5$

– $0,1\% \text{Co}$;

- 10 - traces $\leq \text{Cr} \leq 10\%$;
 - traces $\leq \text{V} + \text{W} + \text{Mo} + \text{Ni} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;
 - traces $\leq \text{Mn} \leq 4\%$, de préférence $\leq 2\%$;
 - traces $\leq \text{Al} \leq 3\%$, de préférence $\leq 1\%$;
 - traces $\leq \text{S} \leq 0,005\%$;

- 15 - traces $\leq \text{P} \leq 0,007\%$;
 - traces $\leq \text{Ni} \leq 3\%$, de préférence $\leq 0,3\%$;
 - traces $\leq \text{Cu} \leq 0,5\%$, de préférence $\leq 0,05\%$;
 - traces $\leq \text{Nb} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;
 - traces $\leq \text{Zr} \leq 0,1\%$, de préférence $\leq 0,01\%$;

- 20 - traces $\leq \text{Ti} \leq 0,2\%$;
 - traces $\leq \text{N} \leq 0,01\%$;
 - traces $\leq \text{Ca} \leq 0,01\%$;
 - traces $\leq \text{Mg} \leq 0,01\%$;
 - traces $\leq \text{Ta} \leq 0,01\%$;

- 25 - traces $\leq \text{B} \leq 0,005\%$;
 - traces $\leq \text{O} \leq 0,01\%$;

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration ;

- on le coule sous forme d'un lingot ou d'un demi-produit de coulée continue ;

- 30 - on met en forme à chaud ledit lingot ou demi-produit de coulée continue, sous forme d'une bande ou d'une tôle de 2 à 5 mm d'épaisseur, de préférence de 2 à 3,5 mm d'épaisseur ;

- on procède à au moins deux laminages à froid de ladite bande ou tôle, ayant chacun un taux de réduction de 50 à 80%, de préférence 60 à 75%, à une température qui est :

- de la température ambiante à 350°C si l'alliage a une teneur en Si telle que $3,5 - 0,1 \% \text{Co} \leq \text{Si} + 0,6 \% \text{Al} \leq 4,5 - 0,1 \% \text{Co}$ et $\text{Co} < 35\%$, ou si l'alliage contient $\text{Co} \geq 35\%$ et $\text{Si} \leq 1\%$; et si le laminage à froid est précédé par un réchauffage, de préférence un étuvage, pendant une durée de 1h à 10h à une température inférieure ou égale à 400°C ;

- de la température ambiante à 100°C dans les autres cas ;

- lesdits laminages à froid étant chacun séparés par un recuit statique ou au défilé, dans le domaine ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 24 h, de préférence pendant 2 min à 1 h, à une température d'au moins 650°C, de préférence d'au moins 750°C, et d'au plus :

- 1400°C, si la teneur en Si de l'alliage est supérieure ou égale à $(\% \text{Si})_{\alpha\text{-lim}} = 1,92 + 0,07 \% \text{Co} + 58 \% \text{C}$;

- $T_{\alpha\text{-lim}} = T_0 + k \% \text{Si}$, où $T_0 = 900 + 2 \% \text{Co} - 2833 \% \text{C}$ et $k = 112 - 1250 \% \text{C}$, si la teneur en Si est inférieure à $(\% \text{Si})_{\alpha\text{-lim}}$;

- ledit recuit séparant deux laminages à froid ayant lieu dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée inférieur à + 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C ;

- et on procède à un recuit final de recristallisation, statique ou au défilé, dans le domaine ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 48 h, à une température de 650 à $(900 + 2 \% \text{Co})^\circ \text{C}$, de manière à obtenir un taux de recristallisation de la bande ou de la tôle de 80 à 100%.

4.- Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le recuit final de recristallisation est effectué sous vide, ou dans une atmosphère non oxydante pour l'alliage, ou dans une atmosphère hydrogénée.

5.- Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le recuit final de recristallisation est effectué dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée inférieur à + 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C.

6.- Procédé selon l'une des revendications 3 à 5, caractérisé en ce que le premier laminage à froid est précédé par un recuit statique ou au défilé, dans le domaine

ferritique de l'alliage, pendant 1 min à 24 h, de préférence pendant 2 min à 10 h, à une température d'au moins 650°C, de préférence d'au moins 700°C, et d'au plus :

- 1400°C, si la teneur en Si de l'alliage est supérieure ou égale à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}} = 1,92 + 0,07 \%Co + 58 \%C$;

5 - $T_{\alpha\text{-lim}} = T_0 + k \%Si$, où $T_0 = 900 + 2 \%Co - 2833 \%C$ et $k = 112 - 1250 \%C$, si la teneur en Si est inférieure à $(\%Si)_{\alpha\text{-lim}}$;

ledit recuit ayant lieu dans une atmosphère contenant au moins 5% d'hydrogène, de préférence 100% d'hydrogène, et moins de 1% au total d'espèces gazeuses oxydantes pour l'alliage, de préférence moins de 100 ppm, et ayant un point de rosée inférieur à +
10 20°C, de préférence inférieur à 0°C, mieux inférieur à -40°C, optimalement inférieur à -60°C.

7.- Procédé selon l'une des revendications 3 à 6, caractérisé en ce qu'on procède, après le recuit final de recristallisation, à un recuit d'oxydation à une température entre 400 et 700°C, de préférence entre 400 et 550°C, pendant une durée permettant
15 d'obtenir une couche oxydée isolante d'épaisseur de 0,5 à 10 μm à la surface de la tôle ou bande.

8.- Noyau magnétique de transformateur, caractérisé en ce qu'il est composé de feuilles empilées ou enroulées dont au moins certaines ont été fabriquées à partir d'une tôle ou d'une bande selon la revendication 1 ou 2.

20 9.- Transformateur comportant un noyau magnétique, caractérisé en ce ledit noyau est du type selon la revendication 8.

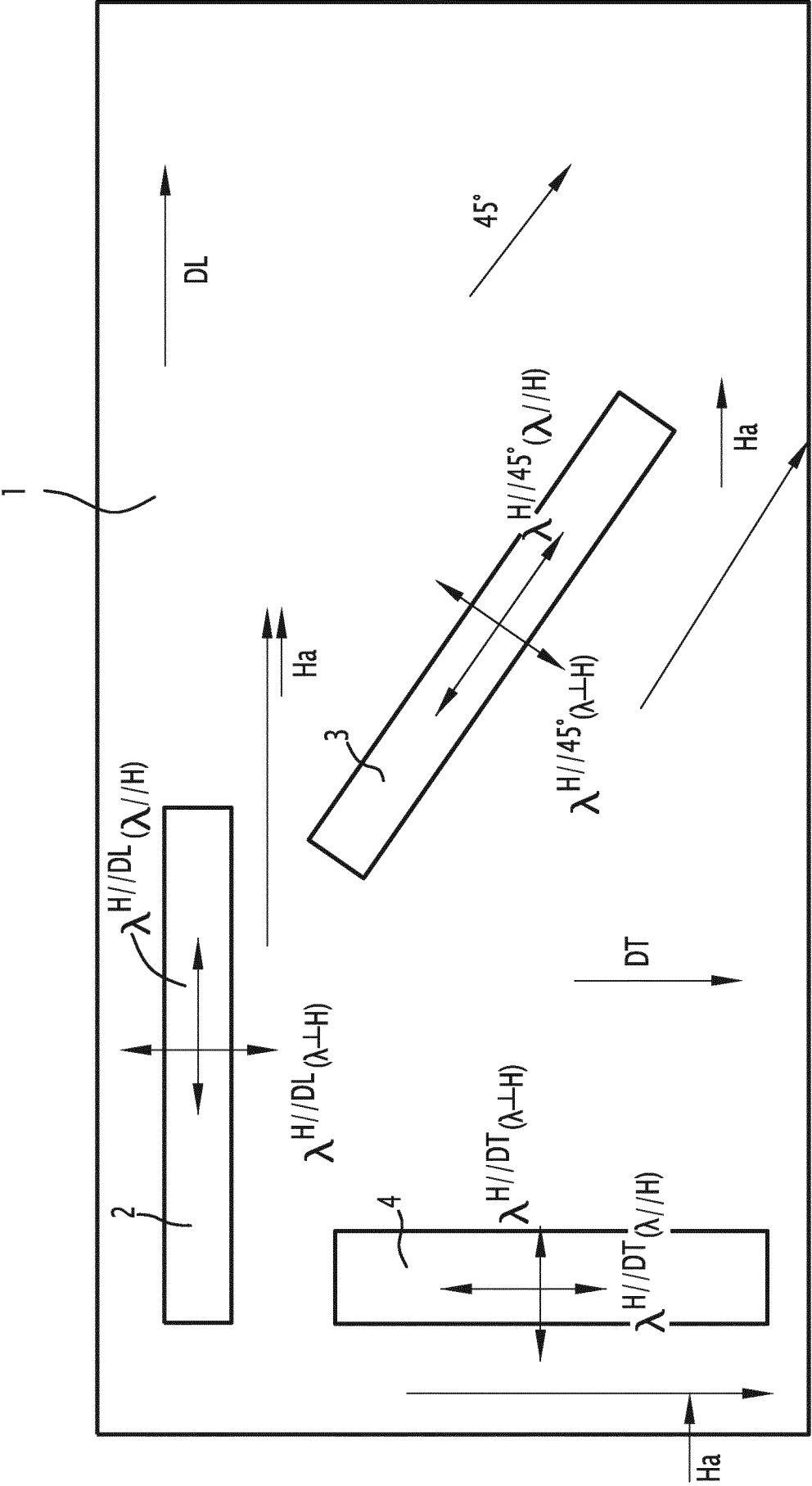


FIG.1

2/6

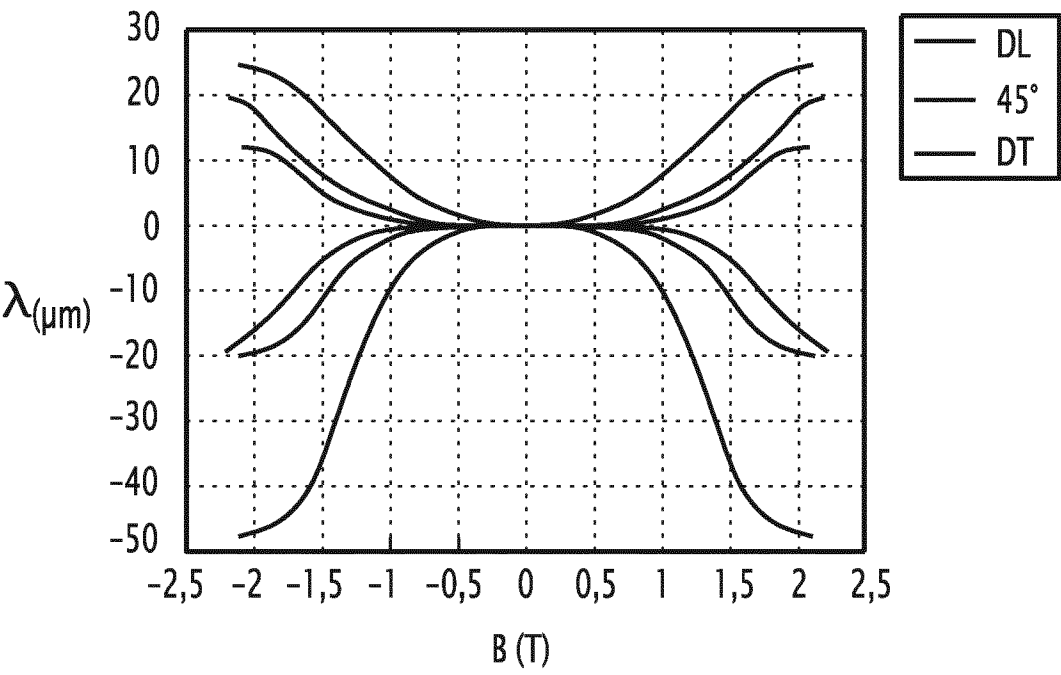


FIG.2

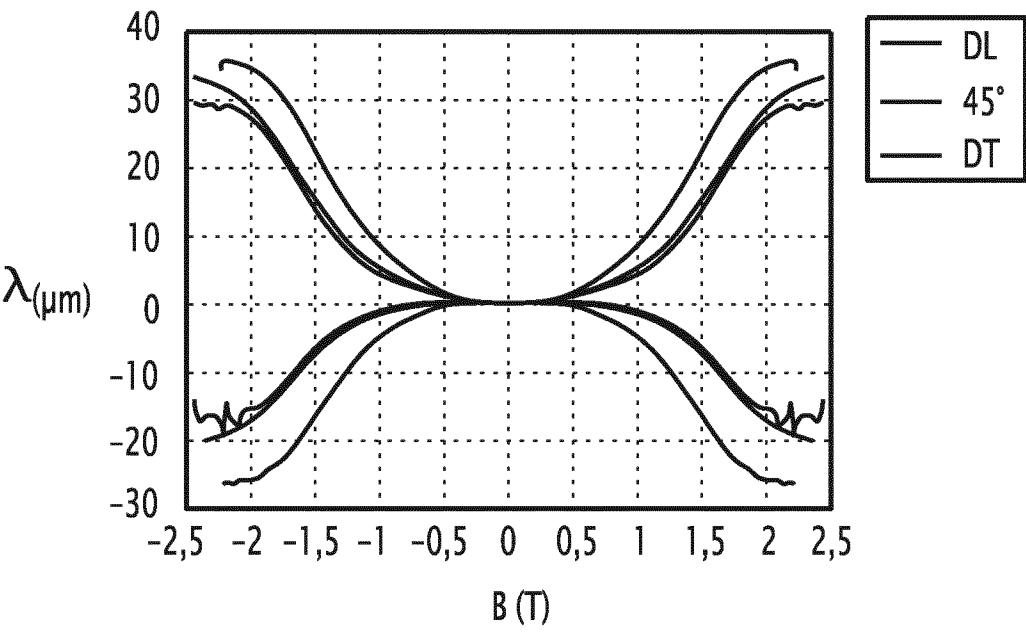


FIG.3

3/6

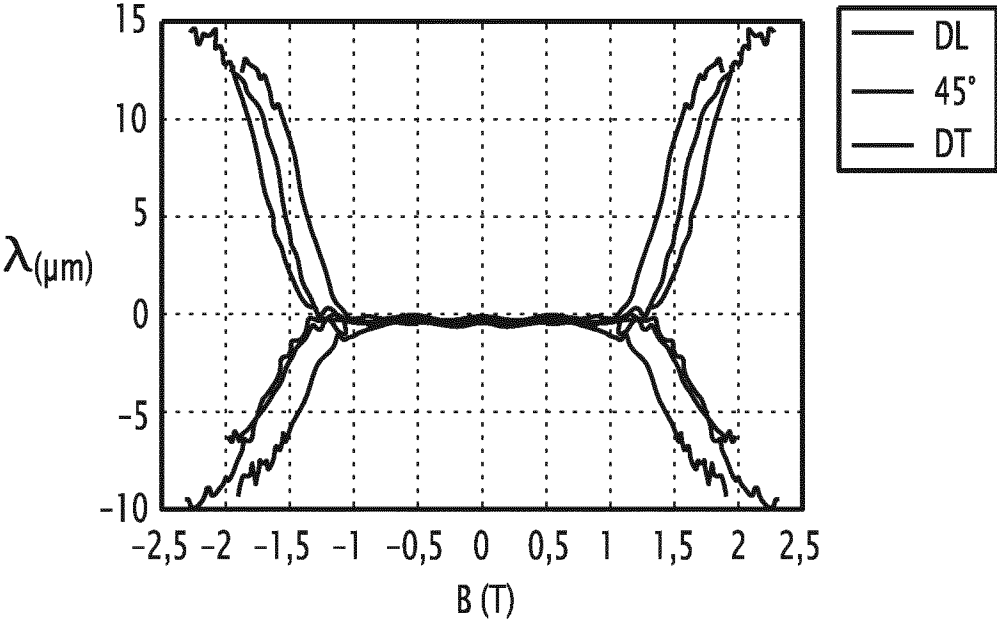


FIG.4

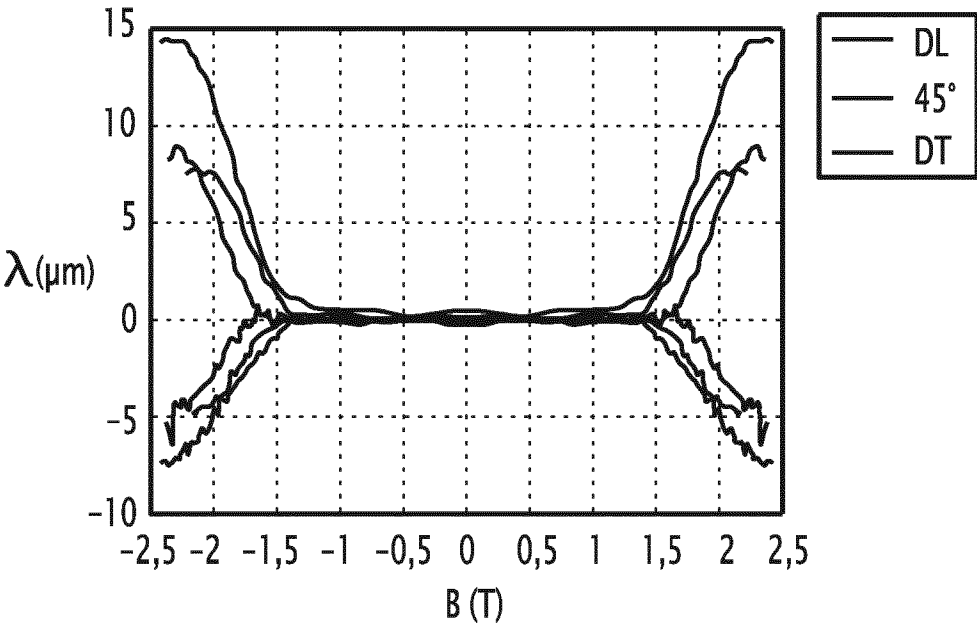


FIG.5

4/6

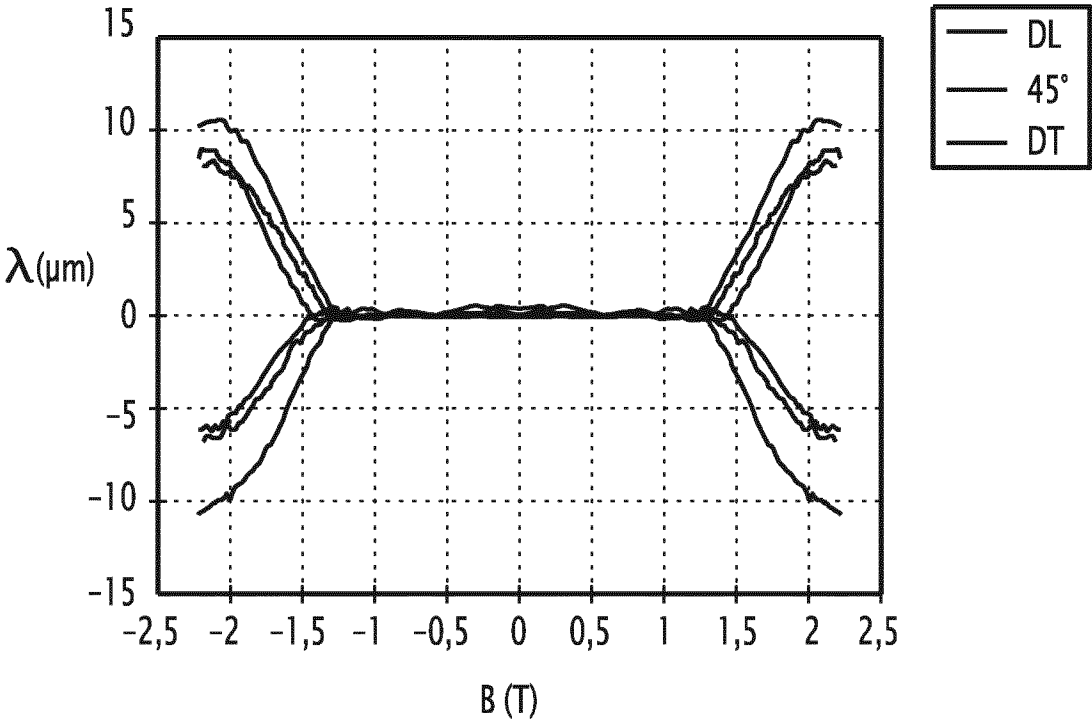


FIG.6

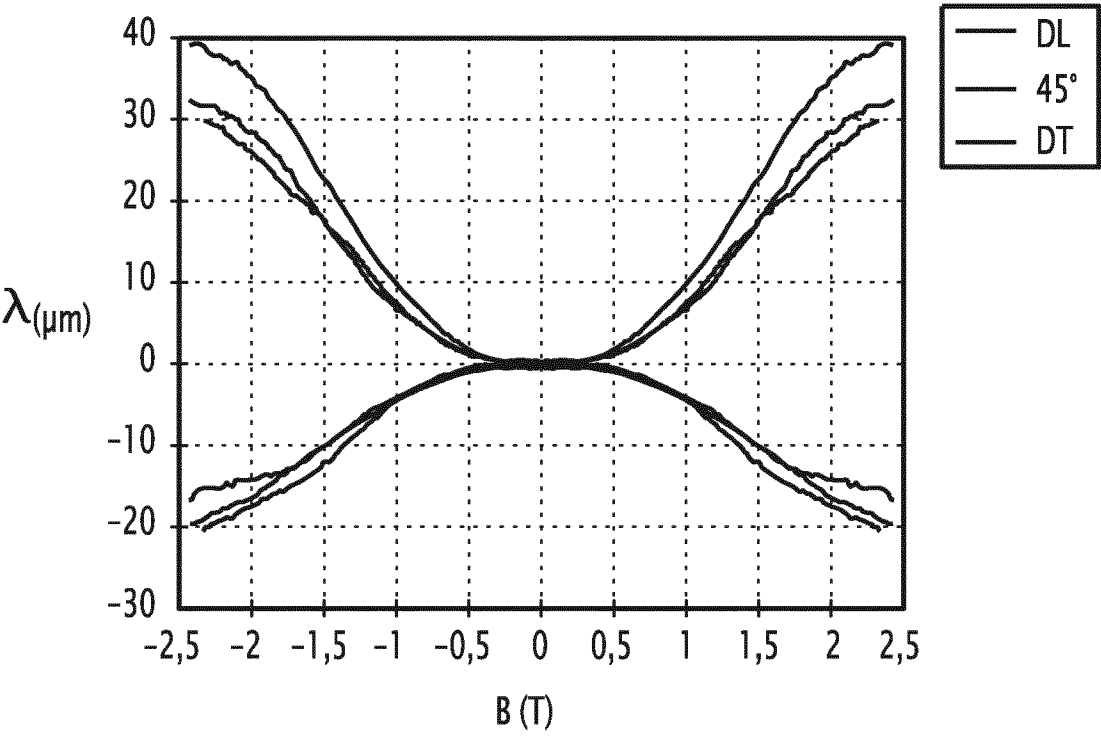


FIG.10

5/6

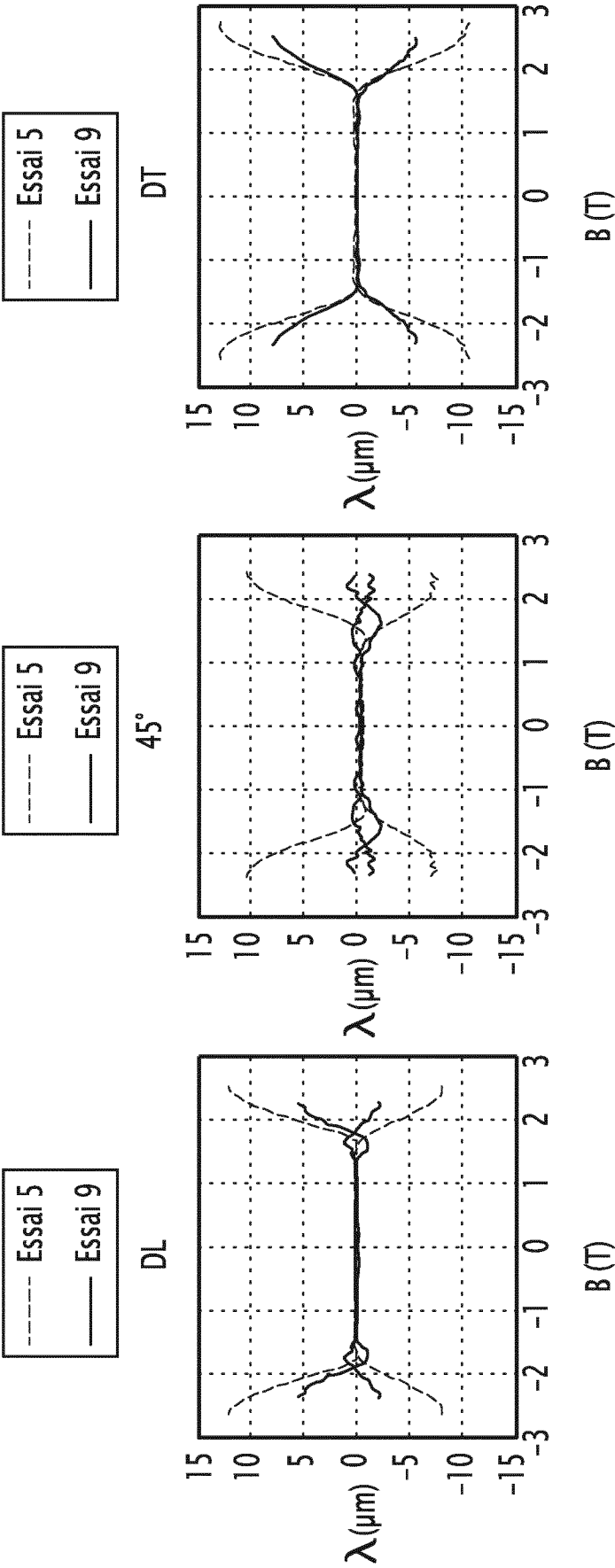


FIG.9

FIG.8

FIG.7

6/6

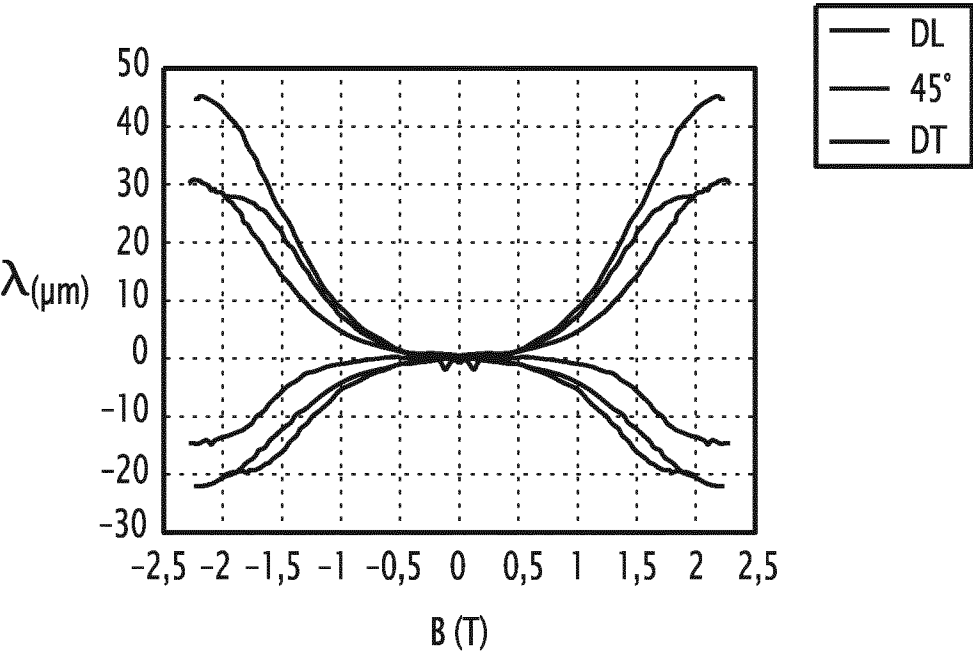


FIG.11

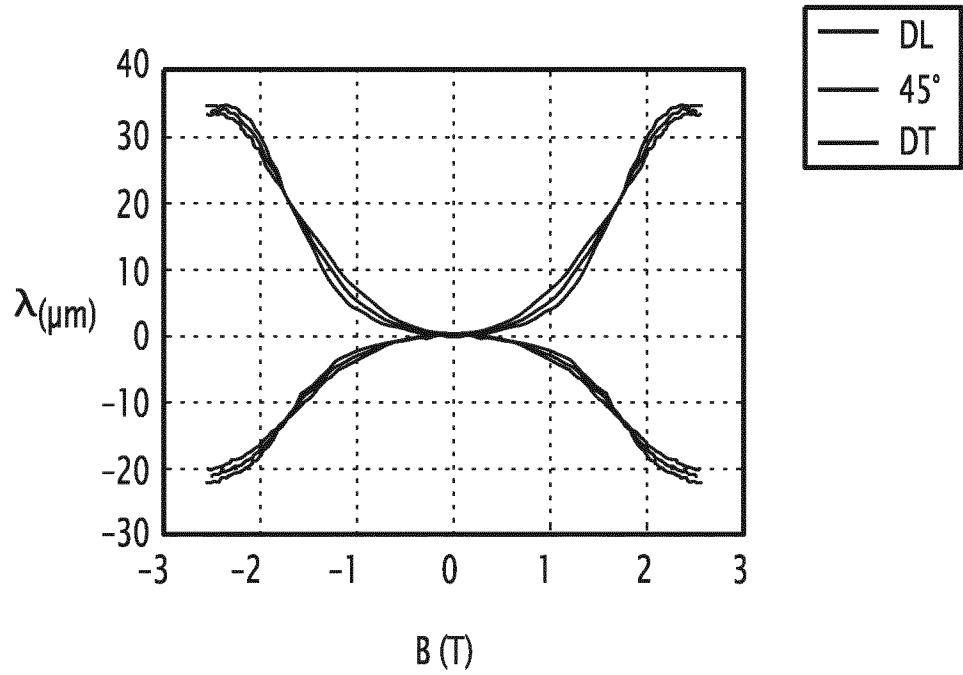


FIG.12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/067443

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV.	C22C38/02 H01F1/12	C21D8/12 H01F1/14
	C22C38/06 H01F1/147	C22C38/10 C22C38/18
ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C22C C21D H01F		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2013/087939 A1 (APERAM) 20 June 2013 (2013-06-20) Tableau 1, E	1-8
Y	US 3 977 919 A (FOSTER KARL ET AL) 31 August 1976 (1976-08-31) Colonne 1, ligne 41; colonne 3, lignes 51 - 53 ; colonne 4, ligne 48-49; colonne 5, lignes 13 - 14, 30 - 39, 62 - 66; colonne 6, proces 1; tableau 1, M841; tableau 2; colonne 14, rev. 15	1-8
A	EP 0 981 822 A1 (CRS HOLDINGS INC [US]) 1 March 2000 (2000-03-01) Tableau 1, A	1-8
	-/--	
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 20 April 2016		Date of mailing of the international search report 29/04/2016
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Kreutzer, Ingo

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/067443

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001 247944 A (SUMITOMO METAL IND) 14 September 2001 (2001-09-14) tables 1-6 -----	1-8
A	EP 1 176 221 A2 (YAMAHA METANIX CORP [JP]; DAINIPPON PRINTING CO LTD [JP]) 30 January 2002 (2002-01-30) tables 1-3 -----	1-8
A	JP 2001 181803 A (KAWASAKI STEEL CO) 3 July 2001 (2001-07-03) the whole document -----	1-8
A	JP 2001 164344 A (KAWASAKI STEEL CO) 19 June 2001 (2001-06-19) the whole document -----	1-8
A	JP 2012 241210 A (TOYOTA IND CORP) 10 December 2012 (2012-12-10) paragraph [0026] - paragraph [0044]; table 1 -----	1-8
A	JP 2003 213335 A (JFE STEEL KK) 30 July 2003 (2003-07-30) the whole document -----	1-8
A	JP H01 119642 A (KAWASAKI STEEL CO) 11 May 1989 (1989-05-11) the whole document -----	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/067443

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2013087939	A1	20-06-2013	CA 2858167 A1 20-06-2013
		CN 104114724 A 22-10-2014	
		EP 2791377 A1 22-10-2014	
		JP 2015508447 A 19-03-2015	
		KR 20140108559 A 11-09-2014	
		RU 2014129076 A 10-02-2016	
		US 2014283953 A1 25-09-2014	
		US 2014299233 A1 09-10-2014	
		WO 2013087939 A1 20-06-2013	
		WO 2013087997 A1 20-06-2013	
US 3977919	A	31-08-1976	NONE
EP 0981822	A1	01-03-2000	BR 9809840 A 20-06-2000
		CA 2290578 A1 19-11-1998	
		DE 69802078 D1 22-11-2001	
		DE 69802078 T2 20-06-2002	
		EP 0981822 A1 01-03-2000	
		IL 132881 A 24-06-2003	
		JP 2001525014 A 04-12-2001	
		TW 425432 B 11-03-2001	
		US 5741374 A 21-04-1998	
		WO 9852200 A1 19-11-1998	
JP 2001247944	A	14-09-2001	JP 4277432 B2 10-06-2009
		JP 2001247944 A 14-09-2001	
EP 1176221	A2	30-01-2002	CN 1335416 A 13-02-2002
		EP 1176221 A2 30-01-2002	
		JP 2002038239 A 06-02-2002	
		KR 20020008802 A 31-01-2002	
		TW 583319 B 11-04-2004	
		US 2002033207 A1 21-03-2002	
JP 2001181803	A	03-07-2001	JP 4123663 B2 23-07-2008
		JP 2001181803 A 03-07-2001	
JP 2001164344	A	19-06-2001	JP 4075258 B2 16-04-2008
		JP 2001164344 A 19-06-2001	
JP 2012241210	A	10-12-2012	JP 5724613 B2 27-05-2015
		JP 2012241210 A 10-12-2012	
JP 2003213335	A	30-07-2003	NONE
JP H01119642	A	11-05-1989	NONE

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/067443

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C22C38/02 C21D8/12 C22C38/06 C22C38/10 C22C38/18 H01F1/12 H01F1/14 H01F1/147		
ADD. Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C22C C21D H01F		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 2013/087939 A1 (APERAM) 20 juin 2013 (2013-06-20) Tableau 1, E -----	1-8
Y	US 3 977 919 A (FOSTER KARL ET AL) 31 août 1976 (1976-08-31) Colonne 1, ligne 41; colonne 3, lignes 51 - 53 ; colonne 4, ligne 48-49; colonne 5, lignes 13 - 14, 30 - 39, 62 - 66; colonne 6, proces 1; tableau 1, M841; tableau 2; colonne 14, rev. 15 -----	1-8
A	EP 0 981 822 A1 (CRS HOLDINGS INC [US]) 1 mars 2000 (2000-03-01) Tableau 1, A ----- -/-	1-8
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 20 avril 2016		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 29/04/2016
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Kreutzer, Ingo

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	JP 2001 247944 A (SUMITOMO METAL IND) 14 septembre 2001 (2001-09-14) tableaux 1-6 -----	1-8
A	EP 1 176 221 A2 (YAMAHA METANIX CORP [JP]; DAINIPPON PRINTING CO LTD [JP]) 30 janvier 2002 (2002-01-30) tableaux 1-3 -----	1-8
A	JP 2001 181803 A (KAWASAKI STEEL CO) 3 juillet 2001 (2001-07-03) le document en entier -----	1-8
A	JP 2001 164344 A (KAWASAKI STEEL CO) 19 juin 2001 (2001-06-19) le document en entier -----	1-8
A	JP 2012 241210 A (TOYOTA IND CORP) 10 décembre 2012 (2012-12-10) alinéa [0026] - alinéa [0044]; tableau 1 -----	1-8
A	JP 2003 213335 A (JFE STEEL KK) 30 juillet 2003 (2003-07-30) le document en entier -----	1-8
A	JP H01 119642 A (KAWASAKI STEEL CO) 11 mai 1989 (1989-05-11) le document en entier -----	1-8

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2015/067443

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2013087939	A1	20-06-2013	CA 2858167 A1	20-06-2013
			CN 104114724 A	22-10-2014
			EP 2791377 A1	22-10-2014
			JP 2015508447 A	19-03-2015
			KR 20140108559 A	11-09-2014
			RU 2014129076 A	10-02-2016
			US 2014283953 A1	25-09-2014
			US 2014299233 A1	09-10-2014
			WO 2013087939 A1	20-06-2013
			WO 2013087997 A1	20-06-2013

US 3977919	A	31-08-1976	AUCUN	

EP 0981822	A1	01-03-2000	BR 9809840 A	20-06-2000
			CA 2290578 A1	19-11-1998
			DE 69802078 D1	22-11-2001
			DE 69802078 T2	20-06-2002
			EP 0981822 A1	01-03-2000
			IL 132881 A	24-06-2003
			JP 2001525014 A	04-12-2001
			TW 425432 B	11-03-2001
			US 5741374 A	21-04-1998
			WO 9852200 A1	19-11-1998

JP 2001247944	A	14-09-2001	JP 4277432 B2	10-06-2009
			JP 2001247944 A	14-09-2001

EP 1176221	A2	30-01-2002	CN 1335416 A	13-02-2002
			EP 1176221 A2	30-01-2002
			JP 2002038239 A	06-02-2002
			KR 20020008802 A	31-01-2002
			TW 583319 B	11-04-2004
			US 2002033207 A1	21-03-2002

JP 2001181803	A	03-07-2001	JP 4123663 B2	23-07-2008
			JP 2001181803 A	03-07-2001

JP 2001164344	A	19-06-2001	JP 4075258 B2	16-04-2008
			JP 2001164344 A	19-06-2001

JP 2012241210	A	10-12-2012	JP 5724613 B2	27-05-2015
			JP 2012241210 A	10-12-2012

JP 2003213335	A	30-07-2003	AUCUN	

JP H01119642	A	11-05-1989	AUCUN	
